BOLETIN  OFICIAL

DE LA REPUBLICA ARGENTINA

BUENOS AIRES, VIERNES 10 DE MARZO DE 1989 — AÑO XCVII — ₳ 3,00

Nº 26.590

1ª LEGISLACION Y AVISOS OFICIALES

SECRETARIA DE JUSTICIA

SUBSECRETARIA DE ASUNTOS LEGISLATIVOS

DIRECCION NACIONAL DEL REGISTRO OFICIAL

Domicilio legal: Suipacha 767
1008 - Capital Federal

Registro Nacional
de la Propiedad Intelectual
Nº 124.052

HORACIO GASTIABURO
DIRECTOR NACIONAL

DIRECTOR Tel. 322- 3982

DEPTO. EDITORIAL Tel. 322-4009

INFORMES LEGISLATIVOS
Tel. 322-3788

SUSCRIPCIONES Tel. 322-4056

SUMARIO

DECRETOS

MINISTERIO DE OBRAS Y SERVICIOS PUBLICOS

Decreto 199/89

Declárase operada la prescripción adquisitiva en favor de la Empresa Ferrocarriles Argentinos del terreno correspondiente a la Estación Primera Junta de la Provincia de Buenos Aires.

Bs. As., 14/2/89

VISTO el Expediente Nº 78/88 del registro de la Empresa FERROCARRILES ARGENTINOS, y

CONSIDERANDO:

Que por su conducto se tramita la regularización dominial mediante el procedimiento que establece la Ley Nº 20.396, del terreno de la Empresa FERROCARRILES ARGENTINOS correspondiente a la Estación PRIMERA JUNTA, Circunscripción XVII, Sección A, Partido de TRENQUE LAUQUEN, Provincia de BUENOS AIRES, jurisdicción de la Línea DOMINGO FAUSTINO SARMIENTO, cuya situación, medidas, linderos y demás circunstancias se describen en el plano de mensura aprobado por la DIRECCION DE GEODESIA - DEPARTAMENTO FISCALIZACION PARCELARIA DE LA PROVINCIA DE BUENOS AIRES, bajo la característica 107-12-80.

Que en virtud del Decreto de la Provincia de BUENOS AIRES del 25 de febrero de 1888, se acordó al ex-FERROCARRIL DEL OESTE la construcción y explotación de un tramo de vía férrea comprendido entre BUENOS AIRES y TOAY.

Que la Estación PRIMERA JUNTA se encuentra emplazada entre las estaciones PEHUAJO y TRENQUE LAUQUEN.

Que la apertura al servicio público de la mencionada estación se efectivizó el 13 de abril de 1890.

Que por el Decreto Nacional Nº 5789 del 23 de febrero de 1948, se autorizó el 1º de marzo de 1948 la posesión del inmueble.

Que en razón del acuerdo celebrado con las Empresas de capital británico, el ESTADO NACIONAL ARGENTINO adquirió todos los bienes afectados o no a la explotación ferroviaria, según escritura global otorgada el 5 de mayo de 1949.

Que la carencia de título de propiedad por parte de la Empresa transmitente, imposibilitó que después de la compra se registrara el dominio en favor del adquirente.

Que el ESTADO NACIONAL ARGENTINO - Empresa FERROCARRILES ARGENTINOS- continuó con la posesión ejercida por los antecesores, del inmueble citado, en las condiciones del artículo 4015 del Código Civil, restando tan sólo producir un instrumento factible de ser inscripto en el REGISTRO DE LA PROPIEDAD INMUEBLE.

Que el problema se resuelve con la aplicación del procedimiento que fija la Ley Nº 20.396, la que fue promulgada a fin de normalizar el título jurídico del ESTADO sobre aquellos inmuebles de su dominio privado que se encuentran en situación similar a la que nos ocupa.

Que es necesario adoptar los medios que permitan incorporar este bien al patrimonio del ESTADO NACIONAL ARGENTINO - Empresa FERROCARRILES ARGENTINOS-

Que la medida que se propone encuentra su fundamento legal en la facultad conferida por los Artículos 1º y 2º de la Ley Nº 20.396.

Por ello,

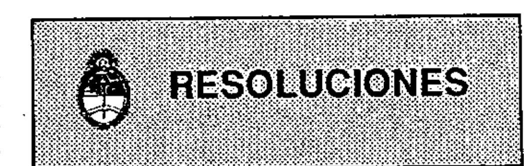
EL PRESIDENTE
DE LA NACION ARGENTINA
DECRETA:

Artículo 1º — Declárase operada la prescripción adquisitiva en favor del ESTADO NACIONAL ARGENTINO -Empresa FERROCARRILES ARGENTINOS- del terreno correspondiente a la Fracción I integrante del cuadro de la Estación PRIMERA JUNTA, Circunscripción XVII, Sección A, Partido de TRENQUE LAUQUEN, Provincia de BUENOS AIRES, jurisdicción de la Línea DOMINGO FAUSTINO SARMIENTO, con una superficie total de CIENTO TREINTA Y TRES MIL DOSCIENTOS DOCE METROS CUADRADOS CON CINCUENTA Y NUEVE DECIMETROS CUADRADOS (133.212,59 m²), cuya situación, medidas, linderos y demás circunstancias se describen en el plano de mensura aprobado por la DIRECCION DE GEODESIA - DEPARTAMENTO FISCALIZACION PARCELARIA DE LA PROVINCIA DE BUENOS AIRES, individualizado con el número 107-12-80, que en copia autenticada forma parte del presente Decreto.

Art. 2º — La ESCRIBANIA GENERAL DEL GOBIERNO DE LA NACION, otorgará la pertinente escritura declarativa de dominio y tramitará la inscripción del testimonio en el REGISTRO DE LA PROPIEDAD INMUEBLE, conforme a lo determinado en el Artículo 2º de la Ley 20.396; cumplido ello, la CONTADURIA GENERAL DE LA NACION efectuará las anotaciones patrimoniales pertinentes.

Art. 3º — Comuníquese, publíquese, dése a la DIRECCION NACIONAL DEL REGISTRO OFICIAL y archívese. — Rodolfo H. Terragno.

NOTA: Este Decreto se Publica sin Anexo.



MINISTERIO DE ECONOMIA

Res. 36/89 - SCI

Delégase la sustanciación de sumarios y el juzgamiento en sede administrativa de las infracciones a las Leyes Nros. 18.425,19.227,19.511,20.680 y 22.802.

Bs. As., 1/3/89

VISTO el Decreto Nº 64 de fecha 20 de enero de 1989, las Leyes números 18.425, 19.227, 19.511, 20.680 y 22.802 y las Resoluciones S.C.I. Nros. 3 y 4 del 9 de enero de 1985, y

CONSIDERANDO:

Que por Resolución Nº 3 del 9 de enero de 1985 se delegó en la Dirección General de Asuntos Legales el juzgamiento en sede administrativa de las infracciones a las Leyes números 18.425, 19.227, 19.511 y 20.680.

Que por Resolución Nº 4 del 9 de enero de 1985 se delegó asimismo en la citada Dirección, las sustanciación de los sumarios y el juzgamiento de las infracciones a las disposiciones de la Ley 22.802.

Que por el artículo 6º del Decreto Nº 64 del 20 de enero de 1989 se estableció que la Dirección General de Asuntos Jurídicos del MINISTERIO DE ECONOMIA ejercerá las misiones y funciones que hasta esa fecha le fueran encomendadas a la Dirección General de Asuntos Legales de la SECRETARIA DE COMERCIO INTERIOR.

Que en virtud de la transformación operada corresponde actualizar la norma de delegación de facultades conforme a las atribuciones conferidas por el Decreto Nº 3 del 4 de enero de 1985.

Por ello,

EL SECRETARIO
DE COMERCIO INTERIOR
RESUELVE:

Artículo 1º — Delégase en la Dirección General de Asuntos Jurídicos del MINISTERIO DE ECONOMIA la sustanciación de los sumarios y el juzgamiento en sede administrativa de las infracciones a las Leyes números 18.425, 19.227,19.511, 20.680 y 22.802, pudiendo imponer las sanciones de multa previstas. Las restantes sanciones serán aplicadas por el señor SUBSECRETARIO DE COMERCIO INTERIOR.

Art. 2º — La presente Resolución comenzará a regir a partir del día de la fecha.

Art. 3º — Comuníquese, publíquese, dése a la Dirección Nacional del Registro Oficial y archívese. — Carlos E. Bonvecchi.

SANIDAD ANIMAL

Res. 83/89 - SAGP

Establécense las sanciones por infracción a la Disposición SENASA Nº 1027/88.

Bs. As., 28/2/89

VISTO la disposición nº 1027 de fecha 29 de diciembre de 1988 del SERVICIO NACIONAL DE SANIDAD ANIMAL, y

CONSIDERANDO:

Que es principio general del derecho que las normas punitivas no admiten su aplicación analógica.

Que, por lo tanto, resulta necesario establecer las sanciones a aplicar a quienes infrinjan lo preceptuado en la Disposición mencionada precedentemente.

Que el suscripto es competente para resolver en esta instancia en virtud de lo dis-

puesto en el artículo 1º inc. e) del Decreto nº 101 de fecha 16 de enero de 1985.

Por ello,

EL SECRETARIO
DE AGRICULTURA, GANADERIA Y PESCA
RESUELVE:

Artículo 1º — Las infracciones a la Disposición nº 1027 de fecha 29 de diciembre de 1988 del SERVICIO NACIONAL DE SANIDAD ANIMAL, serán sancionadas con las penalidades establecidas por el artículo 8º de la Ley 19.852 modificado por la Ley 22.401.

Art. 2º — Comuníquese, publíquese, dése a la Dirección Nacional del Registro Oficial, y archívese. — Ernesto J. Figueras.

CODIGO ALIMENTARIO ARGENTINO

Res. 127/89 - MSAS

Modifícase en lo referente a alimentos azucarados.

Bs. As., 20/2/89

VISTO el expediente Nº 2020-039172/88-7 del registro de la Secretaría de Salud, y

CONSIDERANDO:

Que el Código Alimentario Argentino contempla en el Capítulo X, alimentos Azucarados.

Que el Gobierno de la Provincia de Mendoza, ha solicitado la incorporación del mosto concentrado de uva para el uso como edulcorante nutritivo.

Que se trata de un producto de suma importancia para las economías de las provincias de San Juan y Mendoza.

Que la incorporación propuesta ha sido aprobada por la Comisión Nacional del Código Alimentario Argentino en la Reunión Plenaria realizada los días 22, 23 y 24 de junio de 1988.

Que la Dirección de Asuntos Jurídicos de la Secretaría de Salud ha tomado la intervención de su competencia.

Que se actúa en virtud de las facultades conferidas por el Art. 2º inc. h, apartado I del Decreto Nº 101/85.

Por ello,

EL MINISTRO DE SALUD
Y ACCION SOCIAL
RESUELVE:

Artículo 1º — Incorpórase el Art. 775 bis al Código Alimentario Argentino, el que quedará redactado de la siguiente forma:

Artículo 775 bis.— "Con la denominación de Mosto concentrado de Uva o Jarabe de Uva se entiende al producto obtenido del mosto de uva sin fermentar por deshidratación parcial mediante procesos térmicos al vacío o a presión normal o cualquier otro proceso físico, sin haber sufrido una caramelización sensible.

Deberá responder a las siguientes características: líquido espeso, limpio, libre de depósitos, de sabor dulce.

Peso específico 15/15° C	:	Min. 1,30
Alcohol V/v	:	0,0 %
Extracto seco a 100° C	:	Min. 900 g/kg
Azúcares reductores	:	Min. 800 g/kg
Relación P/alfa	:	Máx. -5
Sales tartáricas 48 hs. a 0° C	:	Ausencia
Acidez total en ácido tartárico	:	Máx. 9 g/kg
Acidez volátil en ácido acético	:	0,0 g/kg
Anhídrico Sulfuroso total	:	Máx. 70 mg/kg
Sustancias conservadoras	:	0,0 mg/kg
Arsénico (como As)	:	Máx 1 mg/kg
Cobre (como Cu)	:	Máx 2 mg/kg
Plomo (Como Pb)	:	Máx 1 mg/kg

Este producto se rotulará en el cuerpo del envase: Mosto concentrado de Uva o Jarabe de Uva.

En el rótulo de los productos que los contengan deberá consignarse: "Contiene Jarabe de Uva" o "Contiene Mosto Concentrado de Uva".

Art. 2º — Acuérdase a las empresas comprendidas en los alcances de esta Resolución, un plazo de NOVENTA (90) días a partir de su publicación en el Boletín Oficial dentro de los cuales deberán ser modificadas o ajustadas a estas normas las situaciones existentes al tiempo de su entrada en vigencia.

Art. 3º — Regístrese, publíquese, dése a la Dirección Nacional de Registro Oficial, comuníquese, y archívese. — Ricardo A. Barrios Arrechea.

MINISTERIO DE SALUD Y ACCION SOCIAL

Res. 151/89 - MSAS

Danse por cumplidas las actuaciones dispuestas por Decreto Nº 339/87.

Bs. As., 27/2/89

VISTO el Expediente Nº 2815-4726/86-0 del registro de la Fiscalía Nacional de Investigaciones Administrativas; y

CONSIDERANDO:

Que los actuados se relacionan con el sumario administrativo ordenado por la Fiscalía Nacional de Investigaciones Administrativas a fojas 93 vta., el 29 de diciembre de 1986 a fin de deslindar responsabilidades que pudieran corresponder al Dr. CARLOS N. CAGLIOTTI, entonces Director Nacional del CE.NA.RE.SO. en relación con los hechos originalmente denunciados ante la misma por el señor Asesor Presidencial Dr. Jaime E. Malamud Goti.

Que la misma Fiscalía, al ordenar el sumario dispuso que atento a la jerarquía del Dr. Cagliotti, el mismo se tramitara por ante la Procuración del Tesoro de la Nación, a la que se le remitieron las actuaciones conforme lo prescribe el Artículo 5º Ley Nº 21.383.

Que asimismo, la Fiscalía Nacional de Investigaciones Administrativas, solicitó la suspensión preventiva del funcionario aludido conforme prevé el Art. 6º inc. c) de la Ley Nº 21.383 hasta que concluyera la citada investigación.

Que la referida medida fue instrumentada mediante Decreto Nº 339 del 3 de marzo de 1987, la que en la actualidad y de acuerdo a las constancias de las conclusiones del sumario, corresponde ser levantada, "ad referendum" del Poder Ejecutivo Nacional.

Que a fojas 237/243 la instrucción actuante emite conclusiones, que ratificadas a fojas 324/325 convergen en declarar la exención de responsabilidad del Dr. Carlos N. CAGLIOTTI, por considerar que su conducta en los hechos analizados no constituyen irregularidad administrativa (Art. 91 inc. a) y d) del Reglamento de Investigaciones aprobado por el Decreto Nº 1798/80).

Que a fojas 354 y 358 la Dirección de Asuntos Jurídicos de la Secretaría de Salud comparte el criterio, convalidado a su vez por la Dirección General de Asuntos Jurídicos a fojas 366.

Que se actúa de acuerdo con lo determinado en el artículo 91 incisos a) y d) del Reglamento de Investigaciones aprobado por Decreto Nº 1798 del 1º de setiembre de 1980.

Por ello,

EL MINISTRO
DE SALUD Y ACCION SOCIAL
RESUELVE:

Artículo 1º — Danse por concluidas las actuaciones sumariales por los motivos expuestos en los considerandos de la presente, declarándose la exención de responsabilidad del Dr. Carlos N. CAGLIOTTI.

Art. 2º — Levántase "ad referendum" del Poder Ejecutivo Nacional la suspensión preventiva dispuesta por Decreto Nº 339 del 3 de marzo de 1987 al Dr. Carlos N. CAGLIOTTI.

Art. 3º — Fíjase destino al Dr. Carlos N. CAGLIOTTI en la Subsecretaría de Recursos de Salud de la Secretaría de Salud con la misión de atender las funciones que se enumeran:

a) Coordinar las actividades inherentes en materia de uso indebido de drogas, su prevención, tratamiento y rehabilitación en el marco de las competencias del Ministerio de Salud y Acción Social.

b) Tener a su cargo la vinculación de la Secretaría de Salud con la Comisión Nacional Coordinadora contra el Narcotráfico y el Abuso de Drogas y participar en las actividades que se programen.

c) Representar al área de Salud ante la Comisión de estupefacientes de las Naciones Unidas; la Comisión Interamericana contra el Abuso de Drogas (CICAD); el Acuerdo Sudamericano sobre Estupefacientes y Psicotrópicos (ASEP) y otros organismos especializados en la materia y participar en las reuniones de competencia e interés de este Ministerio.

d) Elaborar un mecanismo de información periódica sobre temas de actualidad en materia de drogas que permita la adopción de medidas de carácter sanitario.

e) Proveer al estudio de un sistema de registro, normatización y fiscalización sanitaria de la asistencia pública y privada en el tratamiento, rehabilitación y reinserción social de fármacodependientes.

f) Organizar y proponer un ámbito de competencia específica en la Secretaría de Salud, sobre la base de los aspectos enunciados precedentemente.

Art. 4º — Autorizar a la Dirección de Asuntos Jurídicos —Departamento de Actuación Judicial— de la Secretaría de Salud a conciliar los autos caratulados "Cagliotti, Carlos N. c/ Estado Nacional (M. S. y A. S.) s/ nulidad" que tramitan por ante el Juzgado Federal de 1ra. Instancia en lo Contencioso Administrativo Nº 1, Secretaría Nº 1.

Art. 5º — Regístrese, comuníquese, publíquese en el Boletín Oficial y remítase copia autenticada a la Delegación Fiscalía del Tribunal de Cuentas de la Nación y a la Fiscalía Nacional de Investigaciones Administrativas. — Ricardo Barrios Arrechea.

PROMOCION INDUSTRIAL

Res. 336/89 - SICE

Prorrógase el plazo para la puesta en marcha de la ampliación y modernización de la firma Metalizado Optico Argentino S. R. L.

Bs. As., 2/3/89

VISTO el Expediente S. I. C. E. número 524.951/88 en el que la firma METALIZADO OPTICO ARGENTINO SOCIEDAD DE RESPONSABILIDAD LIMITADA, comprendida en el régimen del Decreto número 515 del 2 de abril de 1987, a través de la Resolución S. I. C. E. número 574 del 12 de agosto de 1988, para la adquisición de equipamiento importado para la ampliación y modernización de su planta industrial destinada a la fabricación de lentes ópticos con y sin tratamiento, con localización en Capital Federal, solicita se prorrogue hasta el 24 de abril de 1989 el plazo establecido en el artículo 3º de la mencionada resolución, correspondiente a la puesta en marcha de la referida ampliación y modernización, y

CONSIDERANDO:

Que, de acuerdo con lo determinado por dicha norma, el plazo para la puesta en marcha se extendía hasta el 24 de diciembre de 1988.

Que este plazo debe ser prorrogado debido al atraso en la entrega del equipamiento por parte de los proveedores.

Que de acuerdo con lo informado por el proveedor el 10 de noviembre de 1988, el despacho de los bienes se realizará en un plazo de NOVENTA (90) a CIENTO VEINTE (120) días.

Que el nuevo plazo solicitado resulta razonable para importar el equipamiento, instalarlo y ponerlo en marcha.

Que la Dirección Nacional del Contralor Industrial ha emitido opinión favorable para acceder a lo solicitado por la empresa.

Que el Servicio Jurídico permanente de esta Secretaría ha tomado la debida intervención, opinando que la medida propuesta es legalmente viable.

Que, de conformidad con lo expuesto precedentemente, se dicta la presente en virtud de lo dispuesto por el artículo 14 de la Ley 21.608 y el artículo 7º del Decreto número 2541 del 26 de agosto de 1977.

Por ello,

EL SECRETARIO
DE INDUSTRIA Y COMERCIO EXTERIOR
RESUELVE:

Artículo 1º — Prorrógase hasta el 24 de abril de 1989 el plazo establecido en el artículo 3º de la Resolución S. I. C. E. número 574/88, correspondiente a la puesta en marcha de la ampliación y modernización de la planta industrial de la firma METALIZADO OPTICO ARGENTINO SOCIEDAD DE RESPONSABILIDAD LIMITADA.

Art. 2º — Comuníquese, publíquese, dése a la Dirección Nacional del Registro Oficial y archívese. — Murat Eurnekian.

PROMOCION INDUSTRIAL

Res. 371/89 - SICE

Declárase a la firma Alpargatas S. A. I. C. comprendida en el régimen del Decreto Nº 515/87, reglamentario de la Ley Nº 21.608 y su modificatoria 22.876.

Bs. As., 3/3/89

VISTO el expediente S.I.C.E. Nº 514.091/88, por el que la firma "ALPARGATAS SOCIEDAD ANONIMA, INDUSTRIAL Y COMERCIAL", solicita se le acuerden los beneficios del régimen especial instituido por el Decreto Nº 515, del 2 de abril de 1987, reglamentario de la Ley Nº 21.608, de Promoción Industrial y su modificatoria Ley Nº 22.876, y de la Resolución S.I.C.E. Nº 226 del 6 de abril de 1987, para la adquisición de equipamiento importado para la ampliación y modernización de su planta industrial dedicada a la elaboración de compuestos de caucho para calzados, localizada en la Ruta Nacional Nº 2, Km. 34,5 Florencio Varela, Partido de Florencio Varela, Provincia de Buenos Aires, y

CONSIDERANDO:

Que el proyecto presentado cumple con los objetivos y requisitos de la legislación aplicable.

Que de la evaluación practicada por la Dirección Nacional de Evaluación de Proyectos surge la viabilidad de la iniciativa presentada.

Que la SECRETARIA DE VIVIENDA Y ORDENAMIENTO AMBIENTAL del MINISTERIO DE SALUD Y ACCION SOCIAL, ha determinado los recaudos que deben cumplirse para asegurar condiciones adecuadas de vida y evitar la contaminación del medio ambiente.

Que el Servicio Jurídico ha tomado la debida intervención opinando que la medida propuesta es legalmente viable.

Que la presente resolución se dicta en virtud de lo establecido por los artículos 4º, inciso e) de la Ley Nº 21.608 de Promoción Industrial y su modificatoria Ley Nº 22.876 y por la Ley de Ministerios (t.o. en 1983), como así también, por el Decreto Nº 515 del 2 de abril de 1987, por la Resolución S.I.C.E. Nº 226/87 y por el artículo 1º del Decreto Nº 134/83.

Por ello,

EL SECRETARIO DE
INDUSTRIA Y COMERCIO EXTERIOR
RESUELVE:

Artículo 1º — Declárase a la firma "ALPARGATAS SOCIEDAD ANONIMA, INDUSTRIAL Y COMERCIAL", con domicilio legal en Olavarría 1256, Capital Federal, comprendida en el régimen del Decreto Nº 515 del 2 de abril de 1987, reglamentario de la Ley Nº 21.608 de Promoción Industrial y su modificatoria Ley Nº 22.876 y de la Resolución S.I.C.E. Nº 226 del 6 de abril de 1987, para la adquisición de equipamiento importado para la ampliación y modernización de su planta industrial dedicada a la elaboración de compuestos de caucho para calzados, localizada en la Ruta Nacional Nº 2, Km. 34,5, Partido de Florencio Varela, Provincia de Buenos Aires, con una inversión total de AUSTRALES TREINTA Y TRES MILLONES DOSCIENTOS CINCUENTA Y NUEVE MIL QUINIENTOS CINCUENTA (A 33.259.550.-), calculada a precios del mes de junio de 1988.

Art. 2º — La empresa se obliga a mantener una capacidad de producción de acuerdo al siguiente detalle:

	GOMA	EVA
a) Existente	2.970 t./año	810 t./año
b) Ampliación	2.700 t./año	1.215 t./año
c) Futura	5.670 t./año	2.025 t./año

Lo consignado precedentemente lo es en DOS (2) turnos diarios de OCHO (8) horas cada uno, durante DOSCIENTOS SETENTA (270) días por año.

Art. 3º — La interesada deberá poner en marcha la ampliación y modernización de la planta industrial, en las condiciones establecidas en el proyecto presentado y sus modificaciones, dentro de los VEINTIDOS (22) meses a partir del día siguiente de la notificación de la presente resolución.

Art. 4º — La producción que se derive del incremento de la capacidad productiva existente, que sea consecuencia de la instalación de las nuevas máquinas y equipos, no gozará de beneficios promocionales (artículo 5º de la Resolución S.I.C.E. Nº 226/87).

Art. 5º — La citada firma con motivo de la ampliación y modernización de su planta industrial, deberá emplear en la misma un número mínimo de DIEZ (10) que sumadas a las CIENTO NOVENTA (190) existentes harán un total de DOSCIENTAS (200) personas ocupadas en relación de dependencia y con carácter permanente.

Art. 6º — La beneficiaria se obliga a adoptar todas las medidas que sean necesarias con el objeto de preservar el medio ambiente y las condiciones adecuadas de vida de la contaminación y el envilecimiento a que puedan verse sometidas las personas y los recursos naturales como consecuencia de la actividad industrial a desarrollar, debiendo para ello tener en cuenta los recaudos y observaciones particulares establecidos por la SECRETARIA DE VIVIENDA Y ORDENAMIENTO AMBIENTAL del MINISTERIO DE SALUD Y ACCION SOCIAL en el proyecto presentado.

Art. 7º — La firma se compromete a no disminuir la capacidad de producción instalada existente, el personal ocupado y los bienes que producía a la fecha de la presentación.

Art. 8º — La beneficiaria suministrará a la SECRETARIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO EXTERIOR, (Dirección Nacional de Contralor Industrial) y el MINISTERIO DE SALUD Y ACCION SOCIAL, SECRETARIA DE VIVIENDA Y ORDENAMIENTO AMBIENTAL en los plazos que los mismos determinen, las informaciones que se le soliciten y permitirá la realización de inspecciones conducentes a la constatación del cumplimiento de las obligaciones asumidas con motivo del proyecto que se promueve por este acto.

Art. 9º — La beneficiaria deberá presentar a la SECRETARIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO EXTERIOR, (Dirección Nacional de Contralor Industrial), dentro del plazo de TREINTA (30) días contados a partir del día siguiente de la notificación de la presente resolución, las planillas analíticas correspondientes conteniendo el detalle de los bienes de capital a importar incluidos en el proyecto.

Art. 10. — El Estado Nacional a través del Organismo a que se hace referencia en el artículo anterior, deberá pronunciarse sobre las pertinentes planillas analíticas dentro de los TREINTA (30) días a partir de la fecha de su presentación.

Art. 11. — El Estado Nacional otorga a la empresa promovida, la exención total del pago de los derechos de importación para la ejecución del plan de inversiones aprobado hasta un monto de DOLARES ESTADOUNIDENSES UN MILLON CUATROCIENTOS OCHENTA Y TRES MIL DOSCIENTOS SETENTA Y SEIS (USS 1.483.276) o su equivalente en otras monedas, valor FOB puerto de embarque, como así también de los repuestos y accesorios necesarios para garantizar la puesta en marcha y el desenvolvimiento de la actividad promovida hasta un máximo del CINCO POR CIENTO (5%) del valor FOB puerto de embarque de los bienes de capital importados. El listado de dichos repuestos y accesorios deberá presentarse a la SECRETARIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO EXTERIOR, (Dirección Nacional de Contralor Industrial) hasta los NOVENTA (90) días corridos posteriores a la puesta en marcha de la producción, y los mismos deberán embarcarse hasta los CIENTO OCHENTA (180) días posteriores a la disposición de la Autoridad de Aplicación por la que se aprueba la correspondiente planilla analítica.

Aquellos bienes de capital, sus repuestos y accesorios que se introduzcan al amparo de esta franquicia no podrán ser enajenados ni transferidos hasta los CINCO (5) años a contar desde la puesta en marcha de la ampliación y modernización de la planta industrial, salvo autorización expresa de la Autoridad de Aplicación.

Art. 12. — La concesión de la franquicia a que se refiere el artículo 11 de la presente resolución, estará sujeta a la comprobación de destino de los bienes de capital a importar y la efectiva radicación de los mismos en la planta industrial localizada en Ruta Nacional Nº 2 km. 34,5, Florencio Varela, Partido de Florencio Varela, Provincia de Buenos Aires. La realización de la inspección será efectuada por la SECRETARIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO EXTERIOR, (Dirección Nacional de Contralor Industrial).

Art. 13. — Los derechos y obligaciones emergentes de la ejecución del proyecto industrial a que se refiere la presente resolución se regirán por la Ley Nº 21.608 y su modificatoria Ley Nº 22.876, su Decreto reglamentario general Nº 2541, del 26 de agosto de 1977, por el régimen especial instituido por el Decreto Nº 515 del 2 de abril de 1987 y por la presente resolución, como así también por los compromisos asumidos por la beneficiaria en el proyecto presentado y sus modificaciones.

Art. 14. — Déjase establecido que a los efectos que hubiere lugar la firma "ALPARGATAS SOCIEDAD ANONIMA, INDUSTRIAL Y COMERCIAL", constituye domicilio especial en Olavarría 1256, Capital Federal, siendo competente para el caso de divergencia o controversia la jurisdicción de la Justicia Nacional en lo Federal de la Capital Federal.

Art. 15. — La presente resolución comenzará a regir a partir del día siguiente de su notificación.

Art. 16. — Remítase copia de la presente resolución a la ADMINISTRACION NACIONAL DE ADUANAS y a la SECRETARIA DE VIVIENDA Y ORDENAMIENTO AMBIENTAL del MINISTERIO DE SALUD Y ACCION SOCIAL.

Art. 17. — Comuníquese, publíquese, dése a la Dirección Nacional del Registro Oficial y archívese. — Murat Eurnekian.

PROMOCION INDUSTRIAL

Res. 372/89-SICE

Declárase a la firma Ben-Plas S.A. comprendida en el régimen del Decreto Nº 515/87, reglamentario de la Ley 21.608 y su modificatoria 22.876.

Bs. As., 3/3/89

VISTO el expediente S.I.C.E. Nº 20.906/87, por el que la firma "BEN-PLAS SOCIEDAD ANONIMA", solicita se le acuerden los beneficios del régimen especial instituido por el Decreto Nº 515, del 2 de abril de 1987, reglamentario de la Ley Nº 21.608 de Promoción Industrial y su modificatoria Ley Nº 22.876, y de la Resolución S.I.C.E. Nº 226 del 6 de abril de 1987, para la adquisición de equipamiento importado para la ampliación y modernización de su planta industrial dedicada a la producción de burletes de PVC magnéticos o no, localizada en Blanco Encalada 353, Villa Madero, Partido de La Matanza, Provincia de Buenos Aires, y

CONSIDERANDO:

Que el proyecto presentado cumple con los objetivos y requisitos de la legislación aplicable.

Que de la evaluación practicada por la Dirección Nacional de Evaluación de Proyectos surge la viabilidad de la iniciativa presentada.

Que la SECRETARIA DE VIVIENDA Y ORDENAMIENTO AMBIENTAL del MINISTERIO DE SALUD Y ACCION SOCIAL, ha determinado los recaudos que deben cumplirse para asegurar condiciones adecuadas de vida y evitar la contaminación del medio ambiente.

Que el Servicio Jurídico ha tomado la debida intervención opinando que la medida propuesta es legalmente viable.

Que la presente resolución se dicta en virtud de lo establecido por los artículos 4º, inciso e) de la Ley Nº 21.608 de Promoción Industrial y su modificatoria Ley Nº 22.876 y por la Ley de Ministerios (t.o. en 1983), como así también, por el Decreto Nº 515 del 2 de abril de 1987, por la Resolución S.I.C.E. Nº 226/87 y por el artículo 1º del Decreto Nº 134/83.

Por ello,

EL SECRETARIO DE
INDUSTRIA Y COMERCIO EXTERIOR
RESUELVE:

Artículo 1º — Declárase a la firma "BEN-PLAS SOCIEDAD ANONIMA", con domicilio legal en Av. General Paz 12.750, Capital Federal, comprendida en el régimen del Decreto Nº 515 del 2 de

abril de 1987, reglamentario de la Ley Nº 21.608 de Promoción Industrial y su modificatoria Ley Nº 22.876 y de la Resolución S.I.C.E. Nº 226 del 6 de abril de 1987, para la adquisición de equipamiento importado para la ampliación y modernización de su planta industrial dedicada a la producción de burletes de PVC magnéticos o no, localizada en Blanco Encalada 353, Villa Madero, Partido de La Matanza, Provincia de Buenos Aires, con una inversión total de AUSTRALES UN MILLON DOSCIENTOS TREINTA Y TRES MIL SEISCIENTOS CUARENTA Y CUATRO (A 1.233.644.-), calculada a precios del mes de agosto de 1987.

Art. 2º — La empresa se obliga a mantener una capacidad de producción de acuerdo al siguiente detalle:

Existente	712.800 m. de burlete
Ampliación	4.828.086 m. de burlete
Total	5.540.886 m. de burlete

Lo consignado precedentemente lo es en TRES (3) turnos diarios de OCHO (8) horas cada uno, durante TRESCIENTOS DOCE (312) días/año.

Art. 3º — La interesada deberá poner en marcha la ampliación y modernización de su planta industrial, en las condiciones establecidas en el proyecto presentado y sus modificaciones, dentro de los DIEZ (10) meses a partir del día siguiente de la notificación de la presente resolución.

Art. 4º — La producción que se derive del incremento de la capacidad productiva existente, que sea consecuencia de la instalación de las nuevas máquinas y equipos, no gozará de beneficios promocionales (artículo 5º de la Resolución S.I.C.E. Nº 226/87).

Art. 5º — La citada firma con motivo de la ampliación y modernización de su planta industrial, deberá emplear en la misma un número mínimo de VEINTICINCO (25) personas que sumadas a las VEINTICINCO (25) ya existentes hacen un total de CINCUENTA (50) personas ocupadas en relación de dependencia y con carácter permanente.

Art. 6º — La beneficiaria se obliga a adoptar todas las medidas que sean necesarias con el objeto de preservar el medio ambiente y las condiciones adecuadas de vida de la contaminación y el envilecimiento a que puedan verse sometidas las personas y los recursos naturales como consecuencia de la actividad industrial a desarrollar, debiendo para ello tener en cuenta los recaudos y observaciones particulares establecidos por la SECRETARIA DE VIVIENDA Y ORDENAMIENTO AMBIENTAL del MINISTERIO DE SALUD Y ACCION SOCIAL en el proyecto presentado.

Art. 7º — La firma se compromete a no disminuir la capacidad de producción instalada existente, el personal ocupado y los bienes que producía a la fecha de la presentación.

Art. 8º — La beneficiaria suministrará a la SECRETARIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO EXTERIOR, (Dirección Nacional de Contralor Industrial) y al MINISTERIO DE SALUD Y ACCION SOCIAL, SECRETARIA DE VIVIENDA Y ORDENAMIENTO AMBIENTAL en los plazos que los mismos determinen, las informaciones que se le soliciten y permitirá la realización de inspecciones conducentes a la constatación del cumplimiento de las obligaciones asumidas con motivo del proyecto que se promueve por este acto.

Art. 9º — La beneficiaria deberá presentar a la SECRETARIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO EXTERIOR, (Dirección Nacional de Contralor Industrial), dentro del plazo de TREINTA (30) días contados a partir del día siguiente de la notificación de la presente resolución, las planillas analíticas correspondientes conteniendo el detalle de los bienes de capital a importar incluidos en el proyecto.

Art. 10. — El Estado Nacional a través del Organismo a que se hace referencia en el artículo anterior, deberá pronunciarse sobre las pertinentes planillas analíticas dentro de los TREINTA (30) días a partir de la fecha de su presentación.

Art. 11. — El Estado Nacional otorga a la empresa promovida, la exención total del pago de los derechos de importación para la introducción de los bienes de capital, partes o elementos componentes de los mismos, necesarios para la ejecución del plan de inversiones aprobado hasta un monto de MARCOS ALEMANES QUINIENTOS VEINTIDOS MIL (DM. 522.000) o su equivalente en otras monedas, valor FOB puerto de embarque, como así también de los repuestos y accesorios necesarios para garantizar la puesta en marcha y el desenvolvimiento de la actividad promovida hasta un máximo del CINCO POR CIENTO (5%) del valor FOB puerto de embarque de los bienes de capital importados. La concesión de esta franquicia estará sujeta a la respectiva comprobación de destino. El listado de dichos repuestos y accesorios deberá presentarse a la SECRETARIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO EXTERIOR, (Dirección Nacional de Contralor Industrial) hasta los NOVENTA (90) días corridos posteriores a la puesta en marcha de la producción, y los mismos deberán embarcarse hasta los CIENTO OCHENTA (180) días posteriores a la disposición de la Autoridad de Aplicación por la que se aprueba la correspondiente planilla analítica.

Aquellos bienes de capital, partes o elementos componentes, sus repuestos y accesorios que se introduzcan al amparo de esta franquicia no podrán ser enajenados ni transferidos hasta los CINCO (5) años a contar desde la puesta en marcha de la ampliación y modernización de su planta industrial, salvo autorización expresa de la Autoridad de Aplicación.

Art. 12. — La concesión de la franquicia a que se refiere el artículo 11 de la presente resolución, estará sujeta a la comprobación de destino de los bienes de capital a importar y la efectiva radicación de los mismos en la planta industrial localizada en Blanco Encalada 353, Villa Madero, Partido de La Matanza, Provincia de Buenos Aires. La realización de la inspección será efectuada por la SECRETARIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO EXTERIOR, (Dirección Nacional de Contralor Industrial).

Art. 13. — Los derechos y obligaciones emergentes de la ejecución del proyecto industrial a que se refiere la presente resolución se regirán por la Ley Nº 21.608 y su modificatoria Ley Nº 22.876, su Decreto reglamentario general Nº 2.541, del 26 de agosto de 1977, por el régimen especial instituido por el Decreto Nº 515 del 2 de abril de 1987 y por la presente resolución, como así también por los compromisos asumidos por la beneficiaria en el proyecto presentado y sus modificaciones.

Art. 14. — Déjase establecido que a los efectos que hubiere lugar la firma "BEN-PLAS SOCIEDAD ANONIMA", constituye domicilio especial en Esmeralda 923, 8º piso, "J", Capital Federal, siendo competente para el caso de divergencia o controversia la jurisdicción de la Justicia Nacional en lo Federal de la Capital Federal.

Art. 15. — La presente resolución comenzará a regir a partir del día siguiente de su notificación.

Art. 16. — Remítase copia de la presente resolución a la ADMINISTRACION NACIONAL DE ADUANAS y a la SECRETARIA DE VIVIENDA Y ORDENAMIENTO AMBIENTAL del MINISTERIO DE SALUD Y ACCION SOCIAL.

Art. 17. — Comuníquese, publíquese, dése a la Dirección Nacional del Registro Oficial y archívese. — Murat Eurnekian.

CODIGO ALIMENTARIO ARGENTINO

Res. 101/89-MSAS

Modificase en lo referente a su Capítulo XX sobre Metodología Analítica.

Bs. As. 3/2/89

VISTO el Expediente Nº 2020-522/87-2, del Registro de la Secretaría de Salud, y

CONSIDERANDO:

Que el Código Alimentario Argentino trata en su Capitulo XX sobre Metodología Analítica.

Que la Comisión del Código Alimentario Argentino en su Reunión Plenaria realizada durante los días 12, 13 y 14 de junio de 1985 introdujo nuevas especificaciones para té y miel, y adoptó con carácter supletorio las disposiciones técnicas de la legislación italiana sobre resinas y aditivos para las materias plásticas según consta en el Acta Nº 52;

Que es necesario introducir en el Capítulo XX los métodos de análisis para el control de té y miel y para la determinación de los monómeros residuales cloruro de vinilo y estireno en materiales plásticos;

Que debe completarse la metodología correspondiente al Capitulo de lácteos, cuyo tratamiento se encuentra a cargo de un Grupo de Trabajo integrado por el Laboratorio Central de La Plata, Secretaría de Agricultura, Instituto Nacional de Tecnología Industrial, Dirección Nacional de Química y representantes de la industria.

Que es conveniente actualizar la metodologia en lo que respecta a antioxidantes y acidez en aceites.

Que el Código Alimentario Argentino en el artículo 20 inciso II ii establece que los jabones sólidos deben cumplir con el Ensayo de retención de gérmenes;

Que se actúa en función de las previsiones del artículo 6º de la Ley nº 18.284.

Que se actúa en virtud de las facultades conferidas por el artículo 2º, inciso h) apartado 1 del Decreto nº 101/85;

Por ello,

EL MINISTRO DE
SALUD Y ACCION SOCIAL
RESUELVE:

Artículo 1º — Agréguense al Capitulo XX del Código Alimentario Argentino los Métodos de Análisis correspondientes de té, miel, resinas plásticas (Cloruro de vinilo y estireno), determinaciones complementarias sobre productos lácteos, modificaciones a la determinación de antioxidantes y de la acidez en aceites comestibles así como el Ensayo de retención de gérmenes en jabones, los que quedarán redactados de la siguiente forma:

14. — TE

Preparación de la muestra:
Partir de 500 g de té extrayendo de cada bolsa o paquete una porción. Reducir la muestra a 100 g por cuarteo sobre papel satinado y seco. Molerlo de tal manera que pase por tamiz ASTM nº 30. Envasar en frasco de vidrio con tapa de cierre esmerilado.

14.1 — DETERMINACION DE LA HUMEDAD

Materiales y equipos:
— Recipientes de aluminio con tapa (≤ 40 mm de altura, ≥ 50 mm de ancho) o similar.
— Estufa de vacío o en su defecto a presión normal.

Procedimiento:

Pesar al miligramo una cantidad de muestra que contenga aproximadamente 2 g de material seco. Mantenerla en estufa bajo presión ≤ 100 mm de Hg y a 95-100°C aproximadamente 5 h, hasta peso constante es decir que la diferencia entre dos pesadas sucesivas no sobrepase 0,005 g.

Cálculo:

$$\text{Humedad, g/100 g} = \frac{p_i - p_f}{p_i} \times 100$$

donde:

p_i = peso inicial de la muestra, en gramos.

p_f = peso final de la muestra, en gramos.

Repetibilidad:

La diferencia entre los resultados de dos determinaciones, llevadas a cabo simultáneamente o en rápida sucesión por el mismo analista, no debe ser superior a 0,3 g por 100 g de muestra.

Bibliografía:

— AOAC Ed. 12ª Párrafo 15.035 - 7.003.

14.2 — DETERMINACION DE LAS CENIZAS

Materiales y equipos:

— Crisol de cuarzo o de platino de 50 a 100 cm³ de capacidad.

— Estufa a 103 ± 2 °C.

— Horno de mufla a 525 ± 25 °C.

Procedimiento:

Pesar al miligramo 5 g de muestra en crisol previamente tarado. Secar a 100 °C. Luego agregar unas gotas de aceite de oliva y calentar lentamente sobre llama hasta que termine la formación de espuma. Calcinar hasta obtener cenizas blancas. Para ello, humedecer las cenizas con agua, secarlas y volver a calcinar hasta peso constante es decir que la diferencia entre dos pesadas sucesivas no sobrepase 0,001 g.

Cálculo:

$$\text{Cenizas, g/100 g} = \frac{c_c - c}{p} \times 100$$

donde:

c = peso del cristol, en gramos.

c_c = peso del crisol con las cenizas, en gramos.

p = peso de la muestra, en gramos.

Repetibilidad:

La diferencia entre los resultados de dos determinaciones, llevadas a cabo simultáneamente o en rápida sucesión por el mismo analista, no debe ser superior a 0,2 g por 100 g de muestra.

Bibliografía:

— AOAC Ed. 12ª Párrafo 15.037 — 31.012

14.3 — DETERMINACION DE LAS CENIZAS SOLUBLES EN AGUA

Materiales y equipos:

— Los mencionados en la determinación de cenizas.

— Embudo.

— Papel de filtro cuantitativo de velocidad de filtración rápida S ε S 589', banda negra o similar.

Procedimiento:

Agregar a las cenizas obtenidas 10 cm³ de agua. Calentar cerca del punto de ebullición. Filtrar y lavar con agua caliente hasta reunir aproximadamente 60 cm³. Colocar el papel de filtro y su contenido en el crisol. Calcinar a peso constante o sea que la diferencia entre dos pesadas sucesivas no sobrepase 0,001 g.

Cálculo:

$$\text{Cenizas solubles en agua, g/100 g} = \frac{c_c - c_i}{c_c - c} \times 100$$

donde:

c = peso del crisol, en gramos.

c_c = peso del crisol con las cenizas, en gramos.

c_i = peso del crisol con las cenizas insolubles en agua, en gramos.

Repetibilidad:

La diferencia entre los resultados de dos determinaciones, llevadas a cabo simultáneamente o en rápida sucesión por el mismo analista, no debe ser superior a 0,2 g por 100 g de muestra (cenizas totales).

Bibliografía:

— AOAC Ed. 12ª Párrafo 15.038 - 31.015

14.4 — DETERMINACION DE LAS CENIZAS INSOLUBLES EN ACIDO CLORHIDRICO

Materiales y equipos:

— Los mencionados en la determinación anterior.

Reactivos:

— Dilución de ácido clorhídrico p.a. en agua (2 + 5).

Procedimiento:

Agregar a las cenizas o su residuo insoluble en agua, 25 cm³ de la solución ácida. Hervir. Cubrir el crisol con un vidrio de reloj para evitar salpicaduras. Filtrar por papel cuantitativo de velocidad de filtración rápida y lavar con agua caliente hasta que el filtrado no dé reacción ácida al rojo de metilo. Calcinar hasta eliminar toda materia carbonosa, enfriar y pesar. Llevar a peso constante, es decir que la diferencia entre dos pesadas sucesivas no sobrepase 0,001 g.

Cálculo:

$$\text{Cenizas insolubles en ácido, g/100 g} = \frac{c_a - c}{c_c - c} \times 100$$

donde:

c = peso del crisol, en gramos.

c_c = peso del crisol con las cenizas, en gramos.

c_a = peso del crisol con las cenizas insolubles en ácido, en gramos.

Repetibilidad:

La diferencia entre los resultados de dos determinaciones, llevadas a cabo simultáneamente o en rápida sucesión por el mismo analista, no debe ser superior a 0,02 g por 100 g de muestra (cenizas totales).

Bibliografía:

— AOAC Ed. 12ª Párrafo 15.041 — 30.008.

14.5 — DETERMINACION DEL EXTRACTO ACUOSO

Materiales y equipos:

— Erlenmeyer de 500 cm³.

— Refrigerante.

— Embudo.

— Cristalizador.

— Estufa a 103 ± 2°C.

— Baño de agua.

— Matraz aforado de 1000 cm³.

— Papel de filtro S ε S 589¹, banda negra.

Procedimiento:

Pesar al miligramo aproximadamente 2 g de la muestra. Pasarlos a un erlenmeyer, agregar 200 cm³ de agua caliente y hervir sobre llama baja durante 1 hora, rotando ocasionalmente. Fijar a la boca del erlenmeyer, con un tapón de goma, el condensador de aire de 75 cm de longitud. Hervir muy lentamente a fin que el vapor no escape por la parte superior del condensador. Enfriar, pasar a un matraz aforado de 1000 cm³. Mezclar, llevar a volumen y filtrar a través de un papel seco de velocidad de filtración rápida. Transferir 50,0 cm³ de la muestra a un cristalizador tarado. Evaporar a sequedad sobre baño de agua. Calentar en estufa 1 hora a 100 °C, enfriar y pesar. Repetir hasta peso constante, es decir que la diferencia entre dos pesadas sucesivas no sobrepase 0,002 g.

Cálculo:

$$\text{Extracto seco, g/100 g} = \frac{1000\,(b - a)}{50 \times p} \times 100$$

donde:

a = peso del cristalizador, en gramos.

b = peso del cristalizador con el extracto seco, en gramos.

p = peso de la muestra, en gramos.

Repetibilidad:

La diferencia entre los resultados de dos determinaciones, llevadas a cabo simultáneamente o en rápida sucesión por el mismo analista, no debe ser superior de 0,5 g por 100 g de muestra.

Bibliografía:

— AOAC Ed. 12ª Párrafo 15.036

14.6 — DETERMINACION DE LA CAFEINA

A. METODO DE CORTES (modificado)

Materiales y equipos:

— Erlenmeyer de 100 ó 150 cm³.

— Ampolla de decantación de 250 cm³.

— Baño de agua hirviente.

— Embudo.

— Papel de filtro S ε S 589¹, banda negra.

— Balón.

— Estufa a 103 ± 2 °C.

Reactivos:

— Acido sulfúrico d = 1,48 p.a.

— Solución de hidróxido de sodio 50 % p/v.

— Cloroformo.

Procedimiento:

Pesar 2 ± 0,01 g de la muestra en un erlenmeyer de 100 cm³. Agregar 4 cm³ de ácido sulfúrico cuidando que no se formen grumos. Homogeneizar. Calentar sobre baño de agua 15 min. A continuación agregar 50 cm³ de agua hirviente. Romper con una varilla los grumos carbonosos que se hayan formado sobre baño de agua y filtrar de inmediato. Lavar el vaso y el filtro con tres porciones de 10 cm³ de agua caliente acidulada con ácido sulfúrico. Recibir los filtrados en una ampolla de decantación. Enfriar. Alcalizar con la solución concentrada de hidróxido de sodio. Volver a enfriar. Agregar 30 cm³ de cloroformo. Agitar, dejar separar las capas.

Recoger el cloroformo en un balón tarado previo pasaje a través de un papel de filtro humedecido con el mismo solvente. Repetir tres veces la extracción con 30 cm³ cada vez. Destilar el cloroformo hasta reducir su volumen en el balón a 20 cm³. Evaporar esta última porción sobre baño de agua, preferiblemente a 60 °C y con corriente de aire. Secar en estufa a 100 °C durante 30 min. Enfriar y pesar.

Cálculo:

$$\text{Cafeína, g/100 g} = \frac{b_c - b}{p} \times 100$$

donde:

b = peso del balón, en gramos

b_c = peso del balón con la cafeína, en gramos

p = peso de la muestra, en gramos.

Expresar los resultados con un decimal.

Bibliografía:

— F. F. Cortés Rev. Soc. Brasil. Qca. IV, 105 (1933).

B. METODO DE BAILEY - ANDREW

Materiales y equipos:

— Erlenmeyer de 1000 cm³.

— Refrigerante.

— Embudo y papel de filtro S ε S 589¹, banda negra.

— Ampolla de decantación de 500 cm³.

— Cristalizador.

— Estufa a 103 ± 2 °C.

Reactivos:

— Oxido de magnesio "pesado", densidad aparente 50 g/100 cm³.

— Acido sulfúrico diluido con agua (1 + 9).

— Cloroformo.

— Solución acuosa de hidróxido de potasio al 1%.

I — GRAVIMETRICO

Procedimiento:

Pesar 5 ± 0,01 g de la muestra, introducirla en un erlenmeyer de 1000 cm³. Agregar 500 cm³ de agua, agitar y calentar a ebullición. Añadir 10 g de óxido de magnesio. Hervir suavemente sobre llama baja durante 2 horas con agitación ocasional, previa colocación de un refrigerante a aire. Enfriar, lavar las paredes interiores y llevar al peso inicial mediante el agregado de agua (peso de la muestra + peso del erlenmeyer + 510 g). Filtrar, recoger 200 cm³ del filtrado límpido (equivalente a 2 g de muestra). Agregar 20 cm³ de ácido sulfúrico diluido y transferir a una ampolla de decantación. Extraer seis veces con cloroformo usando 25, 20, 15, 10, 10 y 10 cm³. Tratar los extractos combinados con 5 cm³ de la solución de hidróxido de potasio. Cuando las capas están bien separadas pasar la clorofórmica a un cristalizador tarado. Lavar dos veces la solución alcalina con dos porciones de 10 cm³ de cloroformo cada una y reunirlas con el extracto principal. Evaporar con cuidado sobre baño de agua como se indicó en el procedimiento anterior. Secar 30 minutos en estufa a 100°C. Enfriar en desecador y pesar.

Cálculo:

Igual que en la determinación anterior.

Bibliografía:

— AOAC Ed. 12ª Párrafo 15.048

II — VOLUMETRICO —

Procedimiento:

Reunir los extractos clorofórmicos en un balón Kjeldahl y reducirlos a un volumen de 25 cm³. Agregar 15 g de sulfato de potasio p.a., 0,2 g de sulfato de cobre pentahidrato p.a y 25 cm³ de ácido sulfúrico p.a. d = 1,84. Colocar el balón inclinado en el digestor y calentar moderadamente hasta que deje de formarse espuma. Después hervir intensamente hasta que la solución se torne límpida y luego 30 minutos más. Llevar a temperatura ambiente. Agregar 200 cm³ de agua; enfriar por debajo de 25 °C. Agregar lentamente y sin agitar, lentejas de hidróxido de sodio p.a. o solución al 45 % p/v equivalente hasta alcalizar fuertemente el contenido del balón (37,5 g de lentejas o aproximadamente 84 cm³ de solución). Inmediatamente conectarlo al condensador. El extremo de este último debe estar sumergido en un volumen conocido de la solución ácida estándar contenida en un erlenmeyer con el agregado de unas gotas de rojo de metilo. Calentar el balón hasta que destila todo el amoniaco. Recoger por lo menos 150 cm³. Retirar el erlenmeyer lavando previamente el extremo del condensador que se encontraba sumergido. Titular el exceso del ácido con solución alcalina estándar. Corregir por el blanco de reactivos.

Cálculo:

1 cm³ de solución 0.1 N de ácido sulfúrico neutralizado por el amoniaco destilado corresponde a 4,85 mg de cafeína anhidra.

Expresar los resultados con un decimal.

Bibliografía:

— AOAC Ed. 12ª Párrafo 2049.

14.7 — DETERMINACION DE FIBRA BRUTA

METODO DE FILTRACION UNICA

Materiales y equipos:

— Soxhlet.

— Erlenmeyer de 1000 cm³.

— Refrigerante a reflujo.

— Embudo y papel de filtro S ε S, 589⁵, banda roja o similar.

— Estufa a 103 ± 2° C

— Horno de mufla a 600 ± 26° C.

— Pesafiltros y papeles pareados.

— Crisol de platino o de porcelana.

Reactivos:

— Eter de petróleo con P. E. 40 a 60° C.

— Solución de ácido sulfúrico 0,255 N, corresponde a una concentración de (1,25 g/100 cm³) diluir 7,0 cm³ de ácido sulfúrico concentrado p. a. (d = 1,84) a 1000 cm³, con agua. Controlar la concentración por titulación.

— Solución de hidróxido de sodio 3,52 g/100 cm³. Pesar 35,20 g. de hidróxido de sodio p.a., disolver en agua y diluir a 1000 cm³ en matraz aforado. Controlar la concentración por titulación.

— Acido clorhídrico p. a. d = 1,19

Procedimiento:

Desengrasar 2 ± 0,01 g de muestra en un extractor Soxhlet con éter de petróleo durante 6 h. Evaporar el solvente. Transferir la muestra a un erlenmeyer formando canaleta con el papel mediante un chorro de agua (10 cm³) proveniente de una piseta o con ayuda de un pincel de buena calidad. Agregar 200 cm³ de la solución de ácido sulfúrico, conectar el refrigerante a reglujo y hervir durante 30 min. Cuidar que el volumen permanezca constante y que los sólidos no se adhieran a las paredes, para lo cual conviene agitar periódicamente.

Luego, agregar 200 cm³ de la solución de hidróxido de sodio previamente calentada y llevar a ebullición nuevamente 30 min con las mismas precauciones antes indicadas.

Suspender el calentamiento, neutralizar y acidificar el tornasol con ácido clorhídrico concentrado (aprox. 12 cm³) vertiéndolo con cuidado por las paredes.

Filtrar el líquido aun caliente a través de papeles de filtro pareados. Lavar el erlenmeyer y papeles con agua destilada caliente (60° C) hasta eliminación de cloruro. Lavar después dos veces con 20 cm³ de etanol de 96° cada vez y finalmente con 20 cm³ de éter dietílico. Secar los papeles por separado dentro de pesafiltros previamente tarados hasta peso constante (aprox. 30 min.) a 103 ± 2° C. Calcinar en crisol tarado a 550 ± 25° C.

Cálculo:

$$\text{Fibra bruta, g/100 g} = \frac{E - C}{p} \times 100$$

$$\text{Fibra bruta, g/100 g sobre producto seco} = \frac{\text{Fibra bruta g/100 g}}{100 - H} \times 100$$

donde:

E = peso del residuo del tratamiento ácido y alcalino del té, secado en estufa, en gramos.

C = peso de las cenizas del residuo, en gramos;

H = humedad del té, en gramos

p = peso de la muestra, en gramos

Expresar los resultados sin decimales.

Bibliografía:

— Método aplicado en las Oficinas Químicas Nacionales transcripto por O. J. Valenciano en la Guía Práctica de Análisis Bromatológico 1946, pág. 157.

— Leyes, Decretos y Resoluciones. Oficinas Químicas Nacionales. Serie 1ª (1934) pág. 98.

14.8 — DETERMINACION DE TANINOS

Materiales y equipos

— Vaso de precipitados de 600 cm³

— Matraz aforado de 500 cm³

— Pipeta aforada de 10,0 cm³

— Erlenmeyer de 1000 cm³

— Embudo y papel de filtro

— Bureta graduada al 0,1 cm³

— Probetas de 100 y 500 cm³

Reactivos:

— Solución de permanganato de potasio: disolver en agua 1,33 g de permanganato de potasio y diluir a 1000 cm³.

Titulación con solución de ácido oxálico 0,1 N: disolver 0,2500 g de oxalato de sodio p. a. en 200 cm³ de agua caliente (80 — 90° C); agregar 10 cm³ de dilución acuosa de ácido sulfúrico (1 + 1) y titular con la solución de permanganato agregada a razón de 10 a 15 cm³/min (como máximo) y con agitación constante y vigorosa. Agregar la última porción (0,5 a 1 cm³) gota a gota.

cm³ de solución de permanganato utilizados x 0,0268 = $\frac{\text{cm}^3 \text{ ác. oxálico 0,1 N equivalentes a 1 cm}^3 \text{ de}}{\text{la solución de permanganato}}$

— Solución de carmín índigo: pesar 6 g de carmín índigo (libre de azul índigo) (Eastman nº C 1009), pasarlos a un matraz aforado de 1000 cm³ disolverlos con agua y 50 cm³ de ácido sulfúrico d = 1,84 diluir con agua hasta el enrase.

—Solución de gelatina: sumergir durante 1h, 25 g de gelatina en una solución acuosa saturada con cloruro de sodio, calentar hasta disolución total y luego diluir con la solución de cloruro a 1000 cm³.

— Solución de cloruro de sodio ácido: acidificar 975 cm³ de una solución saturada de cloruro de sodio con 25 cm³ de ácido sulfúrico d=1,84.

Procedimiento:

Pesar 5 ± 0,1 g de la muestra. Pasarlos a un vaso de precipitados. Agregar 400 cm³ de agua y hervir durante 30 minutos. Enfriar, transferir a un matraz aforado de 500 cm³ y enrasar. Pasar a un erlenmeyer 10,0 cm³ de esta infusión (filtrar si no estuviera limpida). Agregar 25 cm³ de la solución de carmín y 750 cm³ de agua. Añadir poco a poco desde una bureta la solución de permanganato hasta viraje al verde claro. Continuar la titulación gota a gota hasta observar un color amarillo brillante (o un suave color rosa en el borde). Sean a los cm³ utilizados.

Mezclar en un erlenmeyer con tapa 100 cm³ de la infusión de té límpida con 50 cm³ de la solución de gelatina, 100 cm³ de la solución ácida de cloruro de sodio y 10 g de caolín en polvo. Agitar durante unos minutos. Esperar que sedimente, decantar y filtrar. Mezclar 25 cm³ del filtrado con 25 cm³ de la solución de carmín índigo y 750 cm³ de agua; titular con la solución de permanganato como antes. Sean b los cm³ utilizados.

Cálculo:

a - b = cm³ de la solución de permanganato de potasio necesarios para oxidar los taninos de la muestra

1 cm³ de ácido oxálico 0,1 N equivale a 0,0042 g de tanino (ácido galotánico).

Expresar los resultados con un decimal.

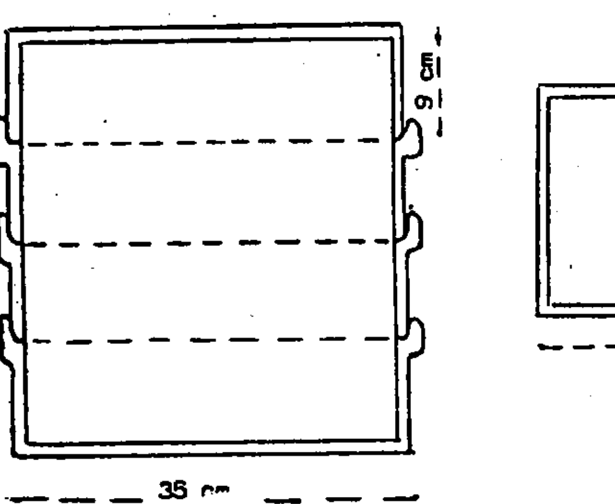
Bibliografía:

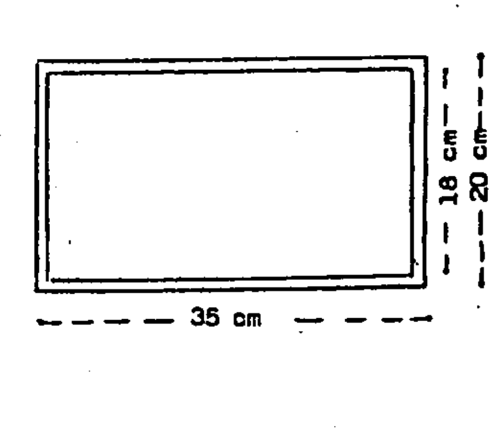
— AOAC Ed. 11ª Párrafo 15.055.

14.9 — DETERMINACIONES QUE SE REALIZAN SOBRE EL TE SIN EFECTUAR MOLIENDA PREVIA (tal como se lo recibe)

1) CLASIFICACION DEL TE NEGRO:

Se efectúa mediante tamices tabulados, usándose para obtener grados primarios del té negro los Nᵒˢ 8; 10; 12; 14; 18; 24 y 30. Para grados secundarios los Nᵒˢ 16; 24 y 30. Ver cuadro adjunto.





CLASIFICACION DE TE NEGRO

Nombre del grado	Número de tamiz sobre el que las partículas son retenidas		Espesores de los alambres usados en las mallas
	ASTM	IRAM (1976)	
Grados primarios			
Orange Pekoe (OP)	Nº 8	2,36 mm	0,91 mm
Flowery Pekoe (FP)	Nº 10	2,00 mm	0,71 mm
Pekoe (P)	Nº 12	1,70 mm	0,55 mm
Flowery Broken Orange Pekoe (FBOP)	Nº 14	1,40 mm	0,55 mm
Broken Orange Pekoe (BOP)	Nº 14	1,40 mm	0,55 mm
Broken Orange Pekoe Fannings (BOPF)	Nº 18 Nº 24	1,00 mm 710,00 um	0,37 mm
Broken Orange Pekoe Dust (BOPD)	Nº 30	600,00 um	

Nombre del grado	Número de tamiz sobre el que las partículas son retenidas		Espesores de los alambres usados en las mallas
	ASTM	IRAM (1976)	
Grados secundarios			
Broken Mixed (BM)	Nº 16	1,18 mm	0,55 mm
Pekoe Fannings or Fannings (PF o FNGS)	Nº 24	710,00 um	0,37 mm
Pekoe Dust (PD)	Nº 30	600,00 um	0,37 mm
Fine Dust (FD)	-		-

Cada grado de té debe contener un mínimo de 85 % de partículas cuyos tamaños sean los exigidos para establecer su nomenclatura. Por ejemplo: En un FNGS el 85 % de sus partículas deben ser retenidas por un tamiz de malla Nº 24.

Procedimiento:

Tomar 100 de muestra y colocarla sobre el tamiz Nº 8; ubicar debajo de éste los tamices restantes en la forma indicada en el esquema. Efectuar el zarandeo a mano hasta que no se observe pasaje de material a través de los tamices. Pesar lo retenido sobre cada tamiz y establecer el grado que le corresponde a la muestra de acuerdo con las indicaciones del cuadro anterior.

2) TALLOS Y PECIOLOS ROJIZOS CASI DESPROVISTOS DE HOJAS

Homogeneizar la muestra. Pesar 10 g. Extender el material sobre papel blanco y retirar con ayuda de una pinza los tallos y peciolos rojizos desprovistos de hojas. Pesar y referir el dato de 100 g de muestra.

Bibliografía:

— Norma IRAM 1 501 Tamices.

— Tipificación de productos agrícolas (TE) Argentina.
Resultados y recomendaciones del proyecto Programa de las Naciones Unidas para el Desarrollo.
Organización de las Naciones Unidas para la Agricultura y la Alimentación. Roma 1978. (Cuadro 12 pág. 54).

15 — MIEL.

15.1 — TOMA DE MUESTRA:

— Miel líquida o colada.

Mezclar perfectamente la muestra. Si presenta gránulos introducirla en un baño de agua manteniéndola en envase cerrado y sin sumergir totalmente. Calentar a 60° C 30 min. para que se licue; si es necesario elevar la temperatura hasta 65° C. Agitar a intervalos, es esencial. Inmediatamente después de licuada la muestra, mezclar bien y enfriar rápidamente. Los cuerpos extraños (abejas, palillos, partículas de panal, cera) se eliminan por filtración a través de tela o lana de vidrio, utilizando si es posible un embudo con circulación de agua, previo calentamiento de la muestra a 40° C.

— Miel en panales.

Cortar la parte superior del panal si está operculado; separar la miel filtrándola por un tamiz de retículo 0,500 x 0,500 mm o en su defecto el tamiz 40 US (0,420 x 0,420 mm). Eliminar porciones de panal, cera o cualquier cuerpo extraño como se indicó antes.
Si la miel en el panal está granulada, calentar hasta que la cera se licue, remover, enfriar y separar la cera.

NOTA: No calentar la muestra destinada a las determinaciones de diastasa e hidroximetilfurfural.

15.2 — DETERMINACION DE LOS AZUCARES REDUCTORES

Principio:

El método consiste en reducir la solución de Fehling (modificada por Soxhlet) con una solución de los azúcares reductores de la miel en las condiciones del método.

Materiales y equipos:

— Erlenmeyer de 250 cm³.

— Bureta.

— Vasos de precipitados.

— Matraces aforados de 100, 200, 500 y 1000 cm³.

— Pipetas aforadas de 5 y 50 cm³.

— Pipeta graduada de 10 cm³.

— Papel de filtro de velocidad de filtración rápida S ε S 589¹ o similar.

Reactivos:

— Solución de Fehling modificada por Soxhlet.

Solución A: Disolver 69,28 g de sulfato cúprico pentahidrato en agua destilada. Diluir a 1000 cm³. Esperar 24 hs. antes de titular.

Solución B: Disolver 346 g de tartrato sódico-potásico tetrahidrato y 100 g de hidróxido de sodio en agua destilada. Diluir a 1000 cm³. Filtrar por crisol con placa de vidrio sinterizado.

— Solución patrón de azúcar invertido: Pesar 9,5 g de sacarosa pura, añadir 5 cm³ de ácido clorhídrico (d = 1,19), disolver en agua y diluir aproximadamente a 100 cm³. Mantener 3 días entre 20 y 25° C o 7 días entre 12 y 15° C. Finalmente diluir a 1000 cm³.

Para normalizar esta solución tomar un volumen adecuado inmediatamente antes de utilizarla, neutralizar con hidróxido de sodio 1 N y diluir hasta obtener una concentración de 2 g en 1000 cm³.

— Solución de azul de metileno: Pesar 2,0 g disolver en agua y diluir a 1000 cm³.

— Crema de alúmina: Preparar una solución acuosa saturada a temperatura ambiente de sulfato de aluminio y potasio decahidrato. Agregar hidróxido de amonio concentrado agitando continuamente hasta reacción alcalina al tornasol. Dejar sedimentar el precipitado. Lavarlo por decantación con agua destilada hasta que el agua de lavado muestre sólo indicios de sulfato al ser tratada con solución de cloruro de bario. Completar la decantación y conservar la crema en un recipiente cerrado.

Procedimiento:

Preparación de la muestra de ensayo.

A. Mieles con sedimento: Pesar al centigramo 25 g de miel homogeneizada (p 1). Trasvasar a un matraz volumétrico de 100 cm³, agregar 5 cm³ de crema de alúmina y llevar a volumen con agua. Filtrar por papel. Tomar 10,0 cm³ y diluir a 500 cm³. (Solución diluida de miel al 0,5 %).

B. Mieles sin sedimento: Pesar el miligramo 2 g de miel homogeneizada (p2). Disolver en agua destilada y diluir a 200 cm³. (Solución de miel al 1 %). Tomar 50 cm³ y diluir a 100 cm³ (Solución diluida de miel al 0,5 %).

Normalización de la solución de Fehling modificada.

La solución A debe normalizarse de modo que 5,00 cm³ de ella mezclados con 5,00 cm³ de la solución B reaccionen completamente con 0,050 g de azúcar invertida contenidos en un volumen de 25,0 cm³ de la solución diluida de azúcar invertida (2 g/dm³) a ser añadida durante la titulación. El volumen final debe ser de 35 cm³.

Titulación preliminar.

Es necesaria para determinar el volumen de agua que es preciso añadir en el erlenmeyer para que la reacción que tiene lugar durante la titulación se realice en un volumen dado.

$v = 25 - x$

donde:

v = volumen de agua a agregar, en cm³.

x = volumen de solución diluida de miel utilizada en la titulación preliminar.

Antes de iniciar esta titulación se agregan en el erlenmeyer 7 cm³ de agua destilada a la solución de Fehling y se prosigue como se indica en la Determinación a partir de "Calentar sobre tela metálica..."

Determinación:

Trasvasar 5,00 cm³ de la solución A de Fehling a un erlenmeyer de 250 cm³ y agregar 5,0 cm³ de la solución B. Añadir (25 - x) cm³ de agua destilada, piedra pomez u otro regulador de ebullición y desde una bureta el volumen de la solución diluida de miel empleado en la titulación preliminar reservando 1,5 cm³. Calentar sobre tela metálica hasta ebullición y mantener en ebullición moderada durante 2 min. Añadir 1,0 cm³ de la solución de azul de metileno sin interrumpir la ebullición y completar la titulación agregando en pequeñas porciones la solución diluida de miel hasta que el indicador pierda el color (hay que observar el color del líquido en su parte superior). Cuidar que el tiempo total de ebullición no sobrepase los 3 min.

Cálculo:

Según como se haya preparado la muestra:

$$A)\ c = \frac{25}{p_1} \times \frac{1000}{y_1} \qquad B)\ c = \frac{2}{p_2} \times \frac{1000}{y_2}$$

donde:

c - azúcar invertido, en gramos por 100 gramos de miel.

p_1 = peso de la muestra de miel preparada según el procedimiento A, en gramos.

p_2 = peso de la muestra de miel preparada según el procedimiento B, en gramos.

y_1 = volumen de la solución diluida de miel, obtenida por el procedimiento A, utilizada durante la determinación, en centímetros cúbicos.

y_2 = volumen de la solucióndiluida de miel, obtenida por el procedimiento B, utilizada en la determinación, en centímetros cúbicos.

NOTA: En la titulación preliminar es posible encontrar algunos volúmenes típicos correspondientes a diferentes contenidos de azúcar invertida en la muestra, ya que partiendo de 25 g o de 2 g, las soluciones diluidas correspondientes son equivalente (contienen 0,5 % de miel).

Contenido de azúcar invertido	Volumen de agua para añadir en cm³
60	8,3
65	9,6
70	10,7
75	11,6

15.3 — DETERMINACION DEL CONTENIDO APARENTE DE SACAROSA

Principio:

Se basa en el método de inversión de Walker (1917).

Materiales y equipos:

— Matraz aforado de 100 y 250 cm^3.

— Pipetas graduadas de 10 cm^3.

— Pipeta aforada de 50 cm^3.

— Probeta de 25 cm^3.

— Baño de agua.

Reactivos:

— Solución de Fehling modificada por Soxhlet.

— Solución patrón de azúcar invertido.

— Solución acuosa de ácido clorhídrico 6,34 N. Medir 132 cm^3 de ácido clorhídrico (d = 1,19), trasvasar a un matraz aforado de 250 cm^3 y diluir con agua destilada hasta completar el volumen.

— Solución acuosa de hidróxido de sodio 5 N. Pesar 20 g. de la droga, disolver en agua y diluir a 100 cm^3.

— Solución acuosa de azul de metileno, 2 g/1000 cm^3.

Procedimiento:

Preparación de la muestra.

Como se indicó en la determinación de azúcares reductores con la única diferencia que la dilución final, correspondiente a la técnica de preparación "A", es de 250 cm^3 para obtener la "solución diluida de miel". Si se aplica la técnica de preparación "B" utilizar la "solución de miel" sin dilución posterior.
Por una u otra técnica la concentración de miel en la muestra resulta del 1 %.

Hidrólisis.

Trasvasar 50,00 cm^3 de la solución de miel a un matraz aforado de 100 cm^3, agregar 25 cm^3 de agua destilada; calentar hasta 65° C en un baño de agua en ebullición. Dejar que la solución se enfríe naturalmente durante 15 minutos, luego regular a 20° C y neutralizar al tornasol con la solución de hidróxido de sodio. Enfriar y completar el volumen.

Titulación.

Como se indicó en la determinación de azúcares reductores.

Cálculos:

Sacarosa aparente, g/100 g de miel = (azúcar invertido después de la inversión, g/100 g de miel - azúcar invertido antes de la inversión, g/100 g de miel) x 0,95

15.4 — DETERMINACION DE LA HUMEDAD

Principio:

Se basa en el método refractométrico de Chataway (1932), revisado por Wedmore (1955).

Materiales y equipos:

— Refractómetro.

Toma de muestra:

Como está indicado en 15.1.

Procedimiento:

Determinación del índice de refracción. Utilizar un refractómetro a 20 ± 2° C. Convertir la lectura en contenido de humedad expresado en g/100 g de miel, aplicando la tabla que figura a continuación:

TABLA PARA LA DETERMINACION DEL CONTENIDO DE HUMEDAD

Indice de refracción	Contenido de humedad	Indice de refracción	Contenido de humedad	Indice de refracción	Contenido de humedad
(20° C)	(%)	(20° C)	(%)	(20° C)	(%)
1,5044	13,0	1,4935	17,2	1,4830	21,4
1,5038	13,2	1,4930	17,4	1,4825	21,6
1,5033	13,4	1,4925	17,6	1,4820	21,8
1,5028	13,6	1,4920	17,8	1,4815	22,0
1,5023	13,8	1,4915	18,0	1,4810	22,2
1,5018	14,0	1.4910	18,2	1;4805	22,4
1,5012	14,2	1,4905	18,4	1,4800	22,6
1,5007	14,4	1,4900	18,6	1,4795	22,8
1,5002	14,6	1,4895	18,8	1,4790	23,0
1,4997	14,8	1,4890	19,0	1,4785	23,2
1,4992	15,0	1,4885	19,2	1,4780	23,4
1,4987	15,2	1,4880	19,4	1,4775	23,6
1,4982	15,4	1,4875	19,6	1,4770	23,8
1,4976	15,6	1,4870	19,8	1,4765	24,0
1,4971	15,8	1,4865	20,0	1,4760	24,2
1,4966	16,0	1,4860	20,2	1,4755	24,4
1,4961	16,2	1,4855	20,4	1,4750	24,6
1,4956	16,4	1,4850	20,6	1,4745	24,8
1,4951	16,6	1,4845	20,8	1,4740	25,0
1,4946	16,8	1,4840	21,0		
1,4940	17,0	1,4835	21,2		

Corrección de temperatura: Si la determinación se hace a una temperatura diferente a 20° C corregir la lectura.

Para temperaturas superiores a 20° C ———— añadir 0,00023 por °C.

Para temperaturas inferiores a 20° C ———— restar 0,00023 por °C.

15.5 — DETERMINACION DE SOLIDOS INSOLUBLES EN AGUA

Materiales y equipos:

— Vaso de precipitados.

— Kitasato y bomba de vacío.

— Crisol con placa de vidrio sinterizado (poro 15 a 40 um).

— Estufa a 135 ± 2 °C.

Procedimiento:

Preparación de la muestra. Pesar 20 ± 0,01 g de miel y disolverla en agua destilada a 80 °C. Mezclar bien.

Determinación:

Filtrar la muestra a través de un crisol previamente tarado, lavar con agua destilada caliente (80 °C) hasta eliminar los azúcares (ensayo de Mohr, ver Nota). Secar el crisol a 135 ± 2 °C durante 1 h, enfriar y pesar al 0,1 mg. Llevar a constancia de peso.

Cálculo:

$$\text{Sólidos insolubles en agua, g/100 g de miel} = \frac{c_i - c}{p} \times 100$$

c_i = peso del crisol con los sólidos insolubles, en gramos.

c = peso del crisol, en gramos.

p = peso de la muestra, en gramos.

NOTA: Reactivos para el Ensayo de Fehling Mohr Bertrand:

— Solución cúprica: Colocar 20 g de sulfato de cobre puro pentahidrato en un matraz aforado de 500 cm^3, disolver y diluir con agua destilada hasta completar el volumen.

— Solución alcalina: Colocar 100 g de tartrato de sodio y potasio tetrahidrato y 75 g de hidróxido de sodio en un matraz aforado de 500 cm^3 disolver con agua destilada, enfriar y diluir hasta completar el volumen.

Procedimiento:

Pasar a un tubo de ensayos 5 cm^3 del líquido de lavado donde se desea investigar la presencia de azúcares. Agregar 5 cm^3 de la solución cúprica y 5 cm^3 de la solución alcalina, hervir durante 3 min. Observar si precipita óxido cuproso. Si esto ocurre el ensayo es positivo y debe continuarse con el lavado del insoluble.

15.6 — DETERMINACION DE CENIZAS

Materiales y equipos:

— Cápsulas de platino o en su defecto, de porcelana.

— Horno de mufla.

— Estufa.

Procedimiento:

Pesar al 0,1 mg de 5 a 10 g de miel en una cápsula tarada. Calentar hasta que la muestra se seque y ennegrezca. Cuidar que no haya pérdida por formación de espuma. Para evitar

este inconveniente pueden agregarse unas gotas de aceite de oliva. Luego calcinar a 575 ± 25 °C hasta peso constante.

Cálculo:

$$\text{Cenizas, g/100 g de miel} = \frac{c_1 - c}{p} \times 100$$

donde:

c_1 = peso de la cápsula con las cenizas, en gramos.

c = peso de la cápsula, en gramos.

p = peso de la muestra, en gramos.

15.7 — DETERMINACION DE LA ACIDEZ

Materiales y equipos:

— Erlenmeyer o vaso de precipitados.

— pHmetro.

— Bureta.

Reactivos:

— Solución de hidróxido de sodio 0,1 N (libre de carbonatos).

— Etanol neutralizado al papel de tornasol.

— Solución de fenolftaleína al 1 % (m/v) en etanol neutralizado.

— Agua destilada de la cual se ha eliminado el exceso de dióxido de carbono por ebullición y luego se la ha enfriado en recipiente con tapón provisto de un tubo con relleno de cloruro de calcio.

Procedimiento:

Preparación de la muestra: Pesar 10 ± 0,1 g de miel y disolverla en 75 cm³ de agua destilada desgasificada.

Titulación:

Titular la muestra con la solución de hidróxido de sodio previo agregado de 4 ó 5 gotas del indicador. El color del punto final debe mantenerse durante 10 segundos. En muestras de color oscuro, pesar menor cantidad. Si se cuenta con un pHmetro, titular la muestra hasta pH 8,3.

Cálculo:

Acidez, milivales (miliequivalentes) de ácido/kg de miel = 10.v

donde:

v = volumen de la solución de hidróxido de sodio utilizado, en cm³.

15.8 — DETERMINACION DE LA ACTIVIDAD DE LA DIASTASA

Principio:

Se basa en el método de Schade y colaboradores (1958), modificado por White y colaboradores (1959) y por Hadorn (1961).

Materiales y equipos:

— Matraces aforados de 50, 100, 500 y 1000 cm³.

— Vasos de precipitados.

— Baño de agua, 40 ± 0,2 °C.

— Pipetas graduadas de 5 y 10 cm³.

— Pipeta aforada de 1 cm³.

— Pesafiltros (d = 5 cm y h = 3 cm).

— Erlenmeyer de 250 cm³.

— Refrigerante.

— Crisol con placa de vidrio sinterizado (Poro de 90 a 150 um).

— pHmetro.

— Espectómetro y celda de 1 cm de paso de luz.

Reactivos:

— Solución madre de yodo: Disolver 8,8 g de yodo p.a. en 40 cm³ de agua que contengan 22 g de yoduro de potasio p.a. y diluir hasta 1000 cm³. Se obtiene una solución 0,07 N.

— Solución de yodo 0,007 N: Disolver 20 g de yoduro de potasio p.a. en 40 cm³ de agua en un matraz volumétrico de 500 cm³, agregar 5,00 cm³ de la solución madre de yodo y completar el volumen. Renovar esta solución día por medio.

— Regulador de pH a 5,3 (1,59 M): Disolver 87 g de acetato de sodio trihidrato en 400 cm³ de agua, agregar 10,5 cm³ de ácido acético glacial y previamente adicionado con algo de agua y diluir a 500 cm³. Ajustar el pH a 5,3 utilizando un pHmetro y agregando acetato de sodio o ácido acético según convenga.

— Solución de cloruro de sodio 0,5 M: Disolver 14,5 g de cloruro de sodio p.a. en agua destilada hervida y completar a 500 cm³.

— Solución de almidón:

a) Preparación de almidón soluble: Colocar en un erlenmeyer 20 g de fécula de papa, 100 cm³ de etanol al 95 % (v/v) y 7 cm³ de ácido clorhídrico 1 N. Asegurar un refrigerante a reflujo y mantener en ebullición, sumergido en un baño de agua, durante una hora. Enfriar, filtrar a través del crisol adecuado. Lavar con agua hasta eliminar los cloruros. Escurrir perfectamente. Secar al aire a 35 °C. Guardar el almidón en recipiente hermético.

b) Determinación de la humedad: Pesar al 0,1 mg, 2 g de almidón soluble formando una capa delgada y homogénea sobre el fondo de un pesafiltros. Secar a 130 °C durante 90 min. El contenido de humedad es de 7 a 8 g/100 g, según la humedad del aire en que se haya dejado secar la muestra.

c) Preparación de la solución de almidón: Utilizar almidón con un índice de azul entre 0,5 y 0,55.
Pesar una cantidad de almidón que corresponda a 2,0 g de almidón anhidro. Pasarlos a un erlenmeyer de 250 cm³, agregar 90 cm³ de agua; inmediatamente calentar a ebullición, sobre tela. Agitar. Hervir suavemente durante 3 min. Tapar y dejar enfriar a temperatura ambiente. Trasvasar a un matraz aforado de 100 cm³ y calentar a 40 °C en baño de agua. Completar el volumen manteniendo la temperatura constante (40 °C).

d) Determinación del índice de azul: Disolver como antes, una cantidad de almidón equivalente a 1 g de almidón anhidro. Enfriar, agregar 2,5 cm³ de la solución amortiguadora de pH, trasvasar a un matraz volumétrico de 100 cm³ y completar el volumen.
Pasar a un matraz volumétrico de 100 cm3, en 75 cm³ de agua, 1 cm³ de ácido clorhídrico N y 1,5 cm³ de solución de yodo 0,02 N. Luego agregar 0,5 cm³ de la solución de lamidón preparada (1 %) y completar el volumen con agua destilada. Dejar en la oscuridad una hora y leer a 660 nm en celda de 1 cm de paso óptico. Comparar con un testigo obtenido en la misma forma pero sin el agregado de la solución de almidón. Absorbancia = Indice de azul.

Procedimiento:

Preparación de la muestra: Pesar 10,0 g de miel en un vaso de precipitados de 50 cm³ y agregar 5,0 cm³ de la solucioón reguladora de pH y 20 cm³ de agua. Disolver sin calentar. Colocar 3,0 cm³ de solución de cloruro de sodio en un matraz aforado de 50 cm³ y agregar sobre ella la muestra preparada. Completar el volumen con agua.

Determinación del volumen normalizado: Calentar la solución de almidón (al 2 %) a 40 °C, medir 5,0 cm³ y agregarlos sobre 10 cm³ de agua a 40 °C, mezclar bien. Tomar 1 cm³ de esta última solución y añadirlo sobre 10 cm³ de la solución de yodo 0,0007 N, diluir con 35 cm³ de agua, mezclar bien. Leer la coloración a 660 nm contra un testigo de agua, en celda de 1 cm de paso óptico.
La absorbancia debe ser 0,760 ± 0,020. En caso contrario variar el volumen de agua agregando (35 cm³) hasta obtener ese valor. El "volumen normalizado" resulta de la suma del volumen total de agua que debe ser agregada y los 11 cm3 de la mezcla de las soluciones de almidón y yodo.

Determinación de la absorbancia de la muestra: Pesar 10,0 cm³ de la muestra preparada a una probeta de 50 cm³ e introducirla en un baño de agua a 40 ± 0,2 °C, junto con el matrz que contiene la solución de almidón sobre la porción de muestra tomada, mezclar y poner en marcha un cronómetro. A intervalos de 5 min. sacar porciones de 1,0 cm³ y agregarles sobre 10,00 cm³ de solución de yodo 0,0007 N. Mezclar y diluir hasta "volumen normalizado". Determinar inmediatamente la absorbancia a 660 nm en una celda de 1 cm. Seguir tomando porciones de 1,0 cm³ a intervalos regulares hasta lograr una absorbancia inferior a 0,235.

Cálculo:

Representar A vs t (min) sobre papel cuadriculado. Considerar por lo menos los tres últimos puntos del gráfico. Trazar la recta resultante para determinar el momento en que la mezcla alcanza A = 0,235. Dividir 300 por el tiempo encontrado, en minutos, para obtener el índice de diastasa (ID).

ID = actividad de la diastasa, en cm³ de solución de almidón al 1 % hidrolizada por la enzima contenida en 1 g de miel, en una hora, a 40 °C.

El índice de diastasa corresponde al número de la escala Gothe.

Actividad de la diastasa = ID = cm³ de solución de almidón al 1 %/g de miel/h a 40 °C.

15.9.1 — DETERMINACION DE HIDROXIMETILFURFURAL (H. M. F.).

Principio:

Se basa en el método de Winkler (1955).

Materiales y equipos:

— Tubos de ensayos.

— Pipetas graduadas de 1 cm³.

— Matraces aforados de 100 cm³.

— Probeta de 100 cm³.

— Espectómetro.

Reactivos:

— Solución de ácido barbitúrico: Pesar 500 mg del reactivo, pasarlo a un matraz aforado de 100 cm³. Agregar 70 cm³ de agua, disolver sobre baño de agua caliente, enfriar y diluir hasta completar el volumen. Consevar a 5 °C. (Secar el ácido barbitúrico a 105 °C antes de utilizarlo).

— Solución de p-toluidina: Pesar 10,0 g de p-toluidina p.a. (PF = 45 °C), disolver con 50 cm³ de isopropanol, calentado suavemente, sobre baño de agua. Trasvasar a un matraz aforado de 100 cm³ con el mismo solvente y agregar 10 cm³ de ácido acético glacial. Enfriar y destilada y luego diluir a 100 cm.

completar el volumen con isopropanol. Envasar en frasco color caramelo. NO USAR antes de 24 hs. ni después de 72 hs. (Precaución: Reactivo cancerígeno).

— Agua destilada (libre de oxígeno): Hacer burbujear nitrógeno a través de agua destilada en ebullición. Después enfriar.

Procedimiento:

Preparación de la muestra: Pesar 10 g de miel extraída sin calentar. Disolver a temperatura ambiente en 20 cm3 de agua destilada libre de oxígeno. Trasvasar a un matraz aforado de 50 cm³ y completar el volumen. Efectuar el ensayo de inmediato.

Determinación:

Tomar dos tubos de ensayos. Por en ambos 2,0 cm³ de la muestra preparada y 5 cm³ de solución de p-toluidina. En uno de los tubos agregar 1 cm³ de agua y en el otro 1 cm³ de solución de ácido barbitúrico. Agitar ambos tubos. El primero sirve de testigo. El agregado de los reactivos debe efectuarse sin interrupciones y en el término de uno a dos minutos. Anotar el valor máximo alcanzado por la absorbancia a 550 nm en celda de 1 cm de paso óptico. Este valor se alcanza, dentro de los 3 a 4 min. posteriores al agregado del ácido barbitúrico. Poco después la absorbancia disminuye.

Cálculo:

La siguiente ecuación permite calcular aproximadamente los resultados:

$$\text{mg de HMF/100 g de miel} = \frac{\text{Absorbancia}}{\text{Espesor de la capa}} \times 19{,}2$$

$$\text{mg de HMF/kg de miel} = \frac{\text{Absorbancia}}{\text{Espesor de la capa}} \times 19{,}2$$

NOTA: Si es necesario efectuar medidas muy exactas, debe establecerse en cada caso una curva de calibración utilizando hidroximetil furfural lo más puro posible (Merck - Schuchardt o similar).

J. H. Turner, 1954 obtuvo el valor de 16.830 para el coeficiente de absorción molecular del HMF a 284 nm.

Bibliografía:

— Chataway H. D. (1932) Canad. J. Res. 6, 540: (1933) Canad. J. Res. 8, 435; (1935) Canad. Bee J. 43 (8) 215 solamente.

— Hadorn H. (1961), Mitt. Gebiete Lebensm u. Hyg, 52, 67.

— Kiermeier F., Köberlein W. (1954), Z. Unters, Lebensmitt, 98, 329.

— Lane J. H., Eynon L. (1923), J. Soc. Chem. Ind. 42, 32§, 143T, 463T.

— Schade J. E., Marsh G. L., Eckert J. E. (1958), Food Research, 23, 446.

— Turner J. H., Rebers P. A., Barrick P. L., Cotton R. H. (1954), Anal. Chem. 26, 898.

— Walker H. S. (1917), J. Ind. Eng. Chem. 2,490

— Wedmore E. B. (1955). Bee World, 36, 197.

— White J. W., Kushnir I., Subors M. H. (1964), Food Technol. 18, 555.

— White J. W., Pairent F. W. (1959), J. A. O. A. C., 42, 344.

— Winkler O. (1955), Z. Lebensm. Untersuch u. Forsch, 102, 161.

15.9 B — DETERMINACION DE HIDROXIMETILFURFURAL (HMF)

METODO DE WHITE

Principio:

Se mide la absorbancia característica del HMF a 284 nm en una muestra previamente desproteinizada con respecto a la misma muestra tratada con sulfito ácido que destruya el grupo cromóforo del HMF. Además se introduce una corrección por absorbancia no especifica a 336 nm.

Materiales y equipos:

— Vasos de precipitados de 30 cm³

— Pipetas graduadas de 1 cm³

— Pipetas aforadas de 5,0 cm³

— Matraz aforado de 50 cm³

— Papel de filtro cualitativo de velocidad de filtración media

— Embudo

— Erlenmeyer de 50 cm³

— Tubos de ensayos de 18 x 150 mm

— Agitador para tubos Vortex o similar

— Espectómetro para usar en el UV

— Celdas de 1 cm de paso óptico

Reactivos:

— Solución Carrez I: Disolver 15 g de hexacianato de hierro (II) y potasio trihidrato con agua destilada y luego diluir a 100 cm³.

— Solución Carrez II: Disolver 30 g de acetato de cinc dihidrato con agua destilada y luego diluir a 100 cm³.

— Solución de sulfito ácido al 0,20 %: Disolver 0,20 g de sulfito ácido de sodio (técnico) con agua destilada y diluir a 100 cm³.

— Solución del sulfito ácido al 0,1 %: Diluir con agua la solución de sulfito al 0,2 % en la relación 1 + 1.

Procedimiento:

En un vaso de precipitados pesar, al miligramo, 5 g de miel. Transferirlos a un matraz volumétrico de 50 cm³ utilizando 25 cm³ de agua destilada. A continuación agregar 0,50 cm³ de la solución Carrez I, mezclar, agregar 0,50 cm³ de la solución Carrez II, mezclar y luego diluir a volumen con agua destilada previo agregado de unas gotas de alcohol para evitar la formación de espuma en la superficie. Filtrar. Desechar los 10 cm³ que filtran inicialmente.

Pipetear 5 cm³ del filtrado en sendos tubos de ensayos. Agregar 5,0 cm³ de agua destilada en uno de los tubos (muestra) y 5,0 cm³ de solución de sulfito ácido al otro (referencia). Mezclar bien (utilizar un agitador) y medir la absorbancia de la muestra con respecto a la de referencia a 284 y 336 nm.

Si la absorbancia es mayor de 0,6, diluir la solución de la muestra con agua y la solución de referencia con la solución diluida de sulfito ácido de sodio en la misma proporción. Multiplicar los valores de absorbancia por el factor de dilución adecuado antes del cálculo.

Cálculo:

$$\text{HMF mg/100 g. de miel} = \frac{(A_{284} - A_{336}) \times 14{,}97 \times 5}{\text{g de muestra}}$$

$$\text{El factor 14,97 resulta} = \frac{126\ \text{g}}{16.830} \times \frac{1000 \times 10\ \text{cm}^3}{1000\ \text{cm}^3} \times \frac{50\ \text{cm}^3}{5\ \text{cm}^3}$$

donde:

126 = peso molecular del HMF, en gramos.

16.830 = absortividad del HMF a 284 nm.

1000 = gramos a miligramos.

10 = cm³ (dilución previa a la lectura de A).

5 = peso nominal de la muestra.

100 = g de miel a los que se refiere el contenido de HMF.

$$\frac{5}{\text{g de M}} = \text{corrección por pesada distinta de 5,000 g}$$

Bibliografía:

— White J. (1979) J.A.O.A.C. 62, 3, 509.

15.10 — DETERMINACION DE DEXTRINAS TOTALES

Materiales y equipos:

— Vaso de precipitados de 30 cm³

— Matraz volumétrico de 100 cm³

— Embudo y papel de filtro cualitativo.

— Cápsula con tapa.

— Baño de agua hirviente.

— Estufa a presión reducida (≤ 50 mm de Hg).

Reactivos:

— Etanol absoluto p. a.

Procedimiento:

Pesar 8 ± 0,1 g de miel en un vasito de precipitados (4 ± 0,1 g si la miel es oscura). Transferirla a una matraz volumétrico de 100 cm³. Disolver el remanente con 2 cm³ de agua y agregar la solución resultante al matraz. Enjuagar con dos porciones de 1 cm³ de agua cada vez previo agregado de unos cm³ de alcohol absoluto antes de trasvasar. Completar el volumen del matraz con alcohol absoluto, agitando continuamente. Dejar sedimentar las dextrinas sobre el fondo y los costados del recipiente hasta que el líquido quede claro. Filtrar por decantación a través de papel de filtro, lavar el residuo en el matraz con 10 cm³ de alcohol y pasarlos a través del mismo papel.

Disolver las dextrinas agregando agua hirviente al matraz, agitar y pasar a través del papel de filtro usado antes. Recibir el filtrado en cápsula previamente tarada. Lavar bien matraz y papel con pequeñas porciones de agua caliente. Evaporar sobre baño de agua y secar hasta peso constante a 70 °C y a presión reducida (≤ 50 mm Hg).

Disolver el precipitado ya pesado, con agua y diluir a un volumen dado en una proporción de 50 cm³ de agua por cada 0,5 de precipitado o fracción.

Determinar los azúcares reductores en solución antes y después de la inversión (15.2 y 15.3).

Cálculo:

$$\text{Dextrinas, g/100 g miel} = Pp \cdot \frac{100}{p} - (Ar + Sa)$$

donde:

Pp = peso del precipitado obtenido con alcohol, en gramos.

p = peso de la muestra de miel, en gramos.

Ar = azúcares reductores antes de la inversión, en g/100 g de miel.

Sa = sacarosa aparente, en g/100 de miel.

Bibliografía:

— A.O.A.C. 12ª Edición, 1975, 31.123.

15.11 — DIFERENCIACION ENTRE MIEL DE FLORES Y MIELADA

Preparación de la muestra. Pesar 1 ± 0,1 g de miel en un vaso de precipitados de 50 cm^3. Agregar 5 cm^3 de agua destilada y disolver.

Procedimiento:

Colocar en dos tubos de ensayo 1,03 cm^3 de la solución de la muestra. Agregar a uno de los tubos 0,2 cm^3 de ácido clorhídrico concentrado y a ambos 5,0 cm^3 de etanol absoluto. Agitar los tubos invirtiéndolos repetidas veces.

Interpretación:

— Si el líquido en ambos tubos permanece límpido, la muestra es de miel de flores.

— Si el líquido sin acidificar presenta turbidez permanente y en el otro con el tiempo desaparece, la muestra es de miel de mielada.

— Si el líquido en ambos tubos permanece turbio, la muestra es de miel adulterada.

Bibliografía:

— Centro de Investigaciones Apícolas (CEDIA) Universidad de Santiago del Estero.

15.12 — DETECCION DE GLUCOSA COMERCIAL

Materiales y equipos:

—Papel para cromatografía.

— Cubas para cromatografía ascendente y descendente.

— Micropipetas.

— Tubos para centrífuga de aproximadamente 10 cm^3 de capacidad (11 x 100 mm).

— Centrífuga.

— Estufa 90 ± 5 °C.

Reactivos:

— Difenilamina — anilina. Disolver 0,500 g de clorhidrato de difenilamina y 0,55 cm^3 de anilina redestilada en 50 cm^3 de acetona. Agregar 5 cm^3 de ácido fosfórico al 85 %. Preparar en el día.

— Etanol absoluto.

— Solventes de desarrollo para cromatografía descendente (1) y ascendente (2).

1) n-propanol, acetato de etilo, agua destilada (7 + 1 + 2)

2) alcohol isoamílico, piridina y agua destilada (7 + 7 + 6)

Procedimiento:

Preparación de la muestra; Diluir la muestra con igual volumen de agua. Trasvasar 0,5 cm^3 a un tubo de centrífuga, agregar 4 cm^3 de etanol absoluto, agitar y centrifugar. Decantar el líquido si está límpido o ligeramente turbio. Disolver el precipitado en 0,5 cm^3 de agua, reprecipitar con 4 cm^3 de etanol absoluto y centrifugar. Decantar nuevamente y disolver el precipitado en 0,1 cm^3 de agua.

Cromatografía: Sembrar sobre papel, en una misma línea, 2 µl (mm^3) de la muestra preparada, así como miel auténtica, mielada y jarabe de maíz tratados previamente como se indicó antes.

Si se aplica cromatografía descendente dejar equilibrar el ambiente de la cuba durante 45 min. y que la corrida se desarrolle durante 40 h o más dejando gotear el solvente desde el borde inferior del papel cortado en forma dentada.

Para cromatografía ascendente (6 h) enrollar el papel formando una superficie cilíndrica, unir los bordes y colocar en una cuba cilíndrica saturada con el solvente correspondiente. Para mejorar la resolución, dejar secar el papel y repetir la corrida una o más veces.

Revelado: Una vez seco, introducir el papel en el reactivo cromogénico. Dejar evaporar la acetona y calentar de 85 - 95 °C durante 5 a 8 min., hasta que las manchas de control del jarabe de maíz se pongan azules.

Muestras de miel o mielada que contengan 5 % de glucosa comercial darán una serie de manchas azules de maltodextrina cuyo Rf es inferior.

Las manchas de dextrina propias de miel o mielada son nítidamente pardas o grises, nunca azules.

Si el papel se calienta en exceso, las manchas de dextrina propias de la miel y las manchas de maltodextrina se aproximarán, al mismo tono de gris.

Bibliografía:

— A.O.A.C. 12ª Edición, 1975, 31.134.

16.2 — DETERMINACION DE MONOMERO CLORURO DE VINILO EN MATERIALES Y ENVASES

Principio:

El nivel del monómero cloruro de vinilo (CV) en materiales y envases se determina por cromatografía gaseosa aplicando la técnica "Head - space" después de la disolución o suspensión de la muestra en N, N — dimetilacetamida.

Reactivos:

— Cloruro de vinilo de pureza mayor a 99,5 % (v/v).

— N, N - dimetilacetamida (DMA) libre de cualquier impureza cuyo tiempo de retención coincida con el del cloruro de vinilo.

Materiales y equipo:

Un equipo o accesorio solamente es mencionado si responde a especificaciones particulares.

— Cromatógrafo gaseoso provisto de un muestreador head-space o con posibilidades para efectuar una inyección manual de la muestra.

— Detector de ionización de llama u otro de los mencionados más adelante.

— Columna para cromatografía gaseosa: Debe permitir la separación de los picos correspondientes al aire y al cloruro de vinilo. Resulta adecuada una columna de níquel de 6 m de longitud y 1/8" de diámetro, rellena con UCON LB 550 al 20 % sobre Chromosorb P, malla 60 - 80.

El sistema combinado detector-columna debe ser tal que la señal obtenida con una solución de 0,02 mg CV/kg de DMA sea igual a cinco veces el ruido de fondo como mínimo.

Condiciones de operación:

Temperatura de la cámara de inyección:	120 °C.
Temperatura del detector:	180 °C.
Temperatura de la Columna	60 °C.

Gas portador N_2, presión 4 psi, flujo 20 cm^3/min.

Cuando se usan técnicas manuales de muestreo, la toma de muestra del "espacio de cabeza" (Head-space) con jeringa puede causar un vacío parcial dentro del vial o frasco. De ahí que para técnicas manuales, donde el vial no está presurizado antes de la toma de muestra, se recomienda el uso de viales grandes.

— Frascos tipo penicilina de 20 cm^3 con septa de silicona o goma de caucho butílico y precintos de aluminio como tapas.

— Pinza selladora

— Agitadores magnéticos

— Baño termostático con regulador a 35 ± 1 °C

— Pipeta aforada de 5 cm^3

— Jeringas para gases de 1 cm^3

— Jeringas de 10,25 y 50 cm^3

— Balanza analítica, exacta al 0,1 mg.

Procedimiento:

Asegurarse que durante todo el proceso no haya pérdidas de cloruro de vinilo ni de N,N - dimetilacetamida.

Preparación de la solución estandar concentrada (S_1):

Pesar al 0,1 miligramo un frasco tipo penicilina con septum de silicona y precinto de aluminio (P_1). Colocar DMA en su interior dejando 1 cm^3 de espacio de cabeza.

Cerrar herméticamente y volver a pesar (P_2).

Introducir a tráves de la membrana dos agujas, una que llegue por debajo del nivel de DMA y la otra al espacio de cabeza. Conectar la primera a una garrafa que contenga cloruro de vinilo (CV), abrir la válvula y dejar burbujear el gas por espacio de algunos segundos.

Cerrar la válvula, sacar la primera aguja y luego la segunda.

Volver a pesar el frasco (P_v).

Cloruro de vinilo, mg/g $$S_1 = \frac{(P_v - P_2) \times 1000}{P_2 - P_1}$$

donde:

$S_1 \cong 2$ mg/g

P_1 = peso del frasco vacío, en gramos

P_2 = peso del frasco con DMA, en gramos

P_v = peso del frasco con DMA y CV, en gramos

Dejar dos horas en reposo para que alcance el equilibrio. Guardar en la heladera.

Preparación de la solución diluida (S_2):

Pesar al 0,1 de miligramo un segundo frasco de tipo penicilina (D_1). Colocar en su interior DMA en la misma forma que antes. Cerrar y volver a pesar (D_2). La DMA tiene una densidad de $0,9366^{25}$,

con respecto al agua. Calcular el volumen de S_1 necesario para obtener en el segundo frasco una concentración de cloruro de vinilo próxima a 50 μg/g y agregárselo. Pesar nuevamente (D_F).

Cloruro de vinilo, μg/g $$S_2 = \frac{(D_F - D_2) \times 1000 \times S_1}{D_2 - D_1}$$

donde:

$S_2 \cong 50$ μg/g

$D_1 \cong$ peso del frasco vacío, en gramos

D_2 = peso del frasco con DMA, en gramos

D_F = peso del frasco con DMA y CV, en gramos

Utilizar esta dilución para obtener la curva de calibración.

Preparación de los patrones:

Colocar 5,0 cm³ de DMA en 15 frascos tipo penicilina. Cerrarlos herméticamente y pesarlos al 0,1 miligramo (N_1). Expresar en gramos.

Agregar las cantidades de S2 indicadas en el siguiente cuadro, cerrar y pesar nuevamente cada frasco (N_2).

Nº del frasco	1 2 3 4 5 6 7 8 9 10 11 12 13 14 15
μl S_2	0 1 1 3 3 5 5 7 7 10 10 15 15 20 20
μg CV (Aprox.)	0,05 0,15 0,25 0,35 0,50 0,75 1,20

Colocar durante una hora en el baño termostático.

Preparación de la muestra:

Pesar 5 frascos de tipo penicilina con septum, precinto de aluminio y barra magnética en su interior (M_1). Colocar en cada uno de ellos alrededor de 0,5 g de muestra previamente cortada en pequeños trozos de aproximadamente 1 cm x 2 mm. Volver a pesar, siempre con aproximación del miligramo (M_2).

Agregar 5,0 cm³ de DMA en cada uno. Cerrar herméticamente y utilizar un agitador magnético hasta lograr la completa disolución de la muestra. Luego colocar en el baño termostático durante una hora.

Análisis cromatográfico:

En las condiciones de operación ya mencionadas inyectar 1 mm³ (1 μl) de S_1 para determinar el tiempo de retención correspondiente al cloruro de vinilo.

A continuación inyectar 1 cm³ del espacio de cabeza de cada uno de los frascos que contienen los patrones preparados para obtener la curva de calibración (1 al 15). Medir cada cromatograma la altura del pico correspondiente al tiempo de retención del cloruro de vinilo (cuadro 1).

Hacer lo mismo con cada uno de los quintuplicados de la muestra (cuadro 2).

Curva de calibración:

Preparar el siguiente cuadro:

CUADRO 1

Frasco	N_1	N_2	$(N_2 - N_1)\ S_2$ Cloruro de vinilo (x)	H (y)
Número	g	g	μg	mm
1 al 15				

— Se recomienda que la diferencia entre las repuestas de cada par de patrones sea inferior a 0,02 mg de cloruro de vinilo/1000 cm³ o kg de DMA.

— Calcular la curva a partir de los puntos concentrados aplicando la técnica de cuadrados mínimos utilizando la siguiente ecuación:

$$y = a_0 + a_1 x$$

Las constantes pueden calcularse aplicando las fórmulas:

$$a_1 = \frac{n\Sigma xy - (\Sigma x) . (\Sigma y)}{n\Sigma x^2 - (\Sigma x)^2}$$

y

$$a_0 = \frac{(\Sigma y)\ (\Sigma x^2) - (\Sigma x)\ (\Sigma xy)}{n\Sigma x^2 - (\Sigma x)^2}$$

donde:

y = las alturas (o áreas) de los picos medidas en cada una de las determinaciones individuales, en mm

x = las concentraciones de cada patrón correspondiente a cada uno de los valores anteriores de y_i en μg

n = número de determinaciones llevadas a cabo (n ≥ 14)

— la curva debe ser lineal es decir, el valor resultante de dividir la desviación estandar (s), [de las diferencias entre las respuestas medidas (y_i) y los valores correspondientes a las respuestas calculadas (z_i) a partir de la recta obtenida por cuadrados mínimos], por el valor medio (-) de todas las respuestas medidas no debe exceder de 0,07.

Cálculo:

$$\frac{s}{\bar{y}} \leq 0{,}07$$

donde:

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n} (y_i - z_i)^2}{n - 1}}$$

$$\bar{y} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^{n} y_i$$

y_i = cada una de las respuestas medidas (alturas de los picos) en las determinaciones individuales.

z_i = el valor correspondiente a la respuesta (y_i) obtenido de la recta de cuadrados mínimos.

n ≥ 14

Control de las soluciones patrón preparadas:

Preparar una nueva solución estandar concentrada, una segunda solución estandar diluida, (S_2) y un patrón que contenga 0,1 mg CV/Kg de DMA (Frascos Nos. 10 y 11). El promedio de dos determinaciones cromatográficas de cloruro de vinilo efectuadas sobre esta última solución no debe diferir en más del 5 % del punto correspondiente sobre la curva de calibración. Si la diferencia excediera el 5 % descartar todas las soluciones preparadas y repetir el procedimiento desde el principio.

Cálculo de los resultados:

Preparar el siguiente cuadro con los datos obtenidos con la muestra.

CUADRO 2

Frasco	$P_M = M_2 - M_1$	HM	X_M Cloruro de vinilo	X_M / P_M
Número	g	mm	μg	μg/g
1 al 15				

Calcular los valores de X_M a partir de la ecuación de la recta de calibración obtenida por el método de los cuadrados mínimos.

$$X_M = \frac{H_M - a_0}{a_1}$$

$$CV\ \mu g/g = \frac{\sum_{1}^{5} X_M/P_M}{5}$$

Error % = 4 Para una concentración de 1,5 mg/kg

Para concentraciones menores el error es proporcionalmente mayor.

Confirmación del nivel de cloruro de vinilo:

En los casos en que el contenido de cloruro de vinilo encontrado en las muestras exceda la cantidad máxima permitida los resultados obtenidos deben ser confirmados por uno de los tres procedimientos siguientes:

• Usar otra columna con fase estacionaria de diferente polaridad.

Este procedimiento se repetirá hasta obtener un cromatograma que no evidencie superposición del pico de cloruro de vinilo con constituyentes de la muestra.

• Usar otros detectores, por ej. el detector de conductividad microelectrolítico. Ver J. of Chromatographie Science, Vol. 12 March 1974 p. 152.

• Usar espectroscopía de masa. En este caso si los iones moleculares con masas padres (m/e) de 62 y 64 se encuentran en la relación de 3:1, se puede considerar con alta probabilidad, confirmada la presencia de cloruro de vinilo. En caso de duda se debe comprobar el total del espectro de masa.

Repetibilidad:

La diferencia entre los resultados de dos determinaciones llevadas a cabo simultaneámente o en rápida sucesión sobre la misma muestra, por el mismo analista y bajo las mismas condiciones, no debe exceder de 0,2 mg de cloruro de vinilo por kg de muestra.

Bibliografía:

— Official Journal of the European Communities, Nº L 213 43 (16/8/80).

— Método aplicado en INTI.

16 — PLASTICOS

16.1 — DETERMINACION DEL MONOMERO ESTIRENO RESIDUAL EN POLIESTIRENO A. METODO ESPECTROMETRICO

Principio:

El monómero estireno a diferencia del poliestireno muestra una intensa absorción en la región ultravioleta con una banda específica cercana a 292 nm. Dado que el poliestireno también absorbe ligeramente a esta longitud de onda, se efectúa una correción para lo cual se mide la absorbancia a longitudes de ondas igualmente espaciadas antes y después de 292 nm (a 289 nm y 295 nm). Estas longitudes de onda pueden variar ligeramente de un instrumento a otro y deben ser establecidas para cada instrumento. La diferencia entre la absorbancia máxima (extraída del gráfico de absorbancia versus longitud de onda: aproximadamente a 292 nm) y la absorbancia tomada en el punto medio de una línea trazada entre las absorbancias a 289 y 295 nm da el valor de la

absorbancia correspondiente al monómero estireno únicamente. El contenido de monómero estireno en una muestra determinada se obtiene del gráfico que representa la concentración del monómero estireno (en un solvente dado) con respecto a las absorbancias corregidas.

Materiales y equipos:

— Espectrómetro que puede utilizarse en la zona del U.V.

— Celdas de absorción de cuarzo de 1,0 cm de paso de luz.

— Matraces volumétricos de 100 cm³ con tapa esmerilada

Reactivos:

— Cloroformo grado ACS

— Benceno grado espectrométrico

— Estireno, de la más alta pureza (para preparar la curva de calibración). Pesar 0,1 ± 0,0001 g de monómero estireno puro, refrigerado a 5° C, pasar a un matraz aforado de 100 cm³ disolver y diluir hasta completar el volumen con el solvente utilizado (cloroformo).

Controlar la concentración del estireno puro antes de utilizarlo aplicando el método volumétrico. Pesar 100 ± 0,1 mg del monómero.

Procedimiento:

— Determinación de las longitudes de onda de máxima y mínima absorbancia: Transferir una porción de la solución estandar de estireno a una celda de 1 cm y leer las absorbancias a intervalos de 0,5 nm desde 300 nm hasta 280 nm usando cloroformo como blanco de referencia.

Obtener el espectro y determinar las longitudes de onda correspondientes al máximo y al mínimo de absorbancia en la región examinada.

— Construcción de la curva de calibración: colocar alícuotas de 0; 2; 4; 6; 8 y 10 mg de monómero estireno en matraces aforados de 100 cm³. Estas alícuotas corresponden a 0; 2; 4; 6; 8 y 10 de monómero estireno.

Después adicionar 1 g de poliestireno libre de estireno (obtenido según se indica en la Nota I) a cada uno de los matraces y a continuación aproximadamente 50 cm³ de cloroformo. Agitar por varias horas (agitación-mecánica) hasta que el líquido quede transparente, luego completar el volumen con el mismo solvente.

Leer la absorbancia, correspondiente a cada una de las soluciones preparadas a las tres longitudes de onda determinadas previamente.

Para cada solución obtener la diferencia entre la absorbancia en el máximo de absorción (aproximadamente 292 nm) y la absorbancia obtenida en el punto medio de la recta trazada entre las absorbancias indicadas en el Gráfico I. Esto da la absorbancia corregida o sea sólo la del monómero estireno.

Representar la absorbancia (corregida) versus porcentaje en peso del monómero estireno en poliestireno: 0 %, 0,2 %; 0,4 %; 0,6 %; 0,8 % y 1,0 %. Gráfico II.

Análisis de la muestra:

— Poliestireno normal

Pesar exactamente 1 g de la muestra del polímero y transferir con 50 cm³ de cloroformo a un matraz de 100 cm³.

Agitar, en un agitador mecánico, por varias horas hasta que el polímero esté en solución. Diluir la muestra hasta completar el volumen y mezclar bien invirtiendo y agitando.

Colocar una porción de la solución en una celda de 1,0 cm y leer las absorbancias correspondientes a las tres longitudes de onda determinadas previamente (usando cloroformo en la celda de referencia) como se procedió para la calibración.

Obtener la absorbancia corregida correspondiente únicamente al monómero estireno.

Calcular el porcentaje de monómero estireno a partir del gráfico de calibración.

— Poliestireno modificado con caucho

Proceder en la misma forma que para un poliestireno normal pero usando benceno como solvente. Preparar previamente el gráfico de calibración.

Filtrar una porción de la muestra en solución, si estuviera turbia o coloreada, a través de un papel de filtro Whatman nº 2 (de velocidad de filtración media). Recoger directamente en una celda de 1 cm y proceder como antes.

Cálculo:

$$\text{Monómero estireno, g/100 g} = \frac{M}{p} \times 100$$

donde:

M = monómero estireno, en gramos

p = peso de la muestra, en gramos

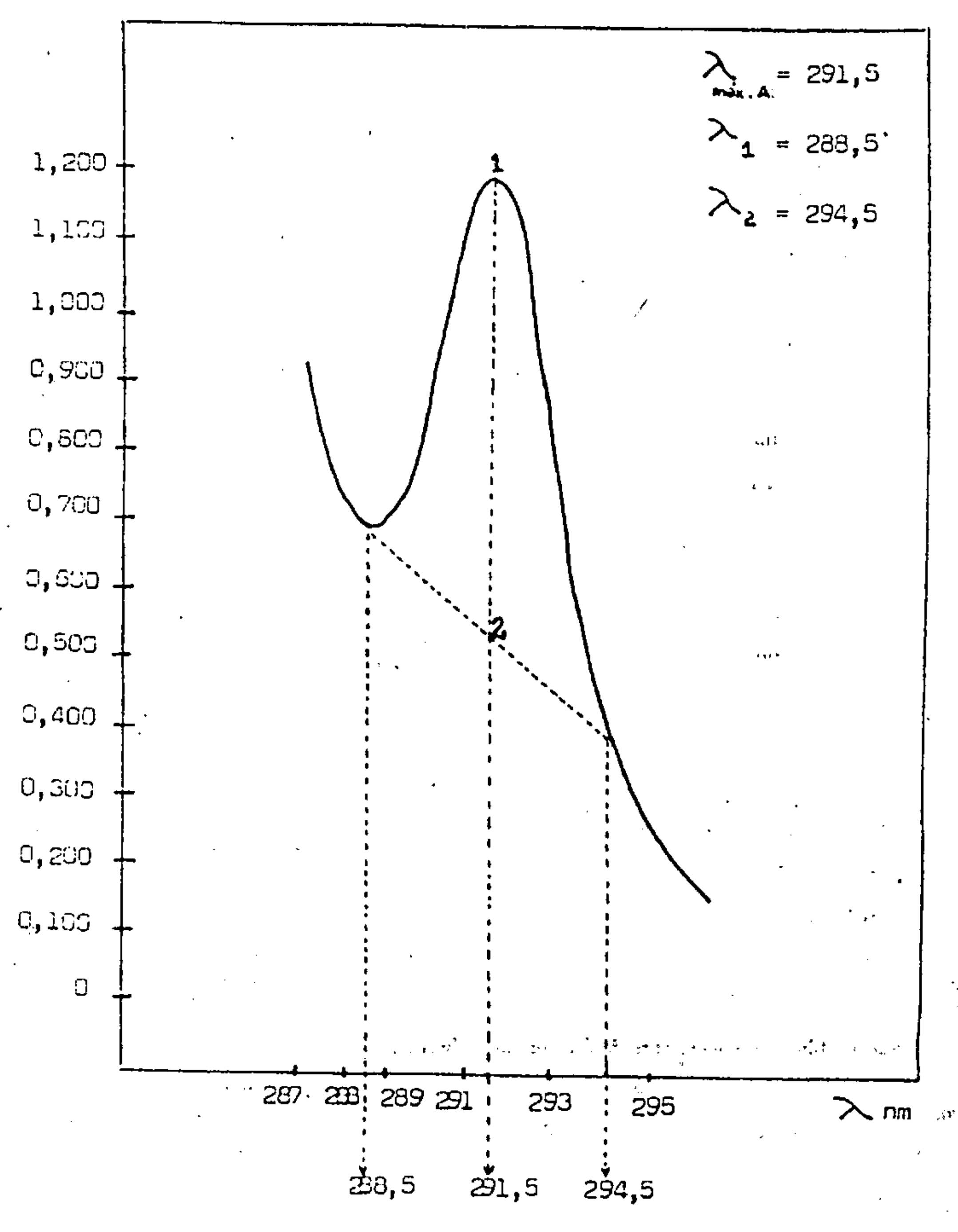
Precisión:

La precisión de este método fue calculada como ± 0,025 % usando el test de Student "t" y la desviación estandar (Precisión = ± ts) a partir de los resultados de 7 análisis de la misma muestra.

Valores obtenidos: 0,463 %; 0,447 % 0,430 %; 0,440 %; 0,447 %; 0,450 % y 0,477 %.
Se usó el nivel del 5 % de "t".

Gráfico I

Espectro de absorción del monómero estireno en poliestireno



Obtener la absorción correspondiente al estireno:

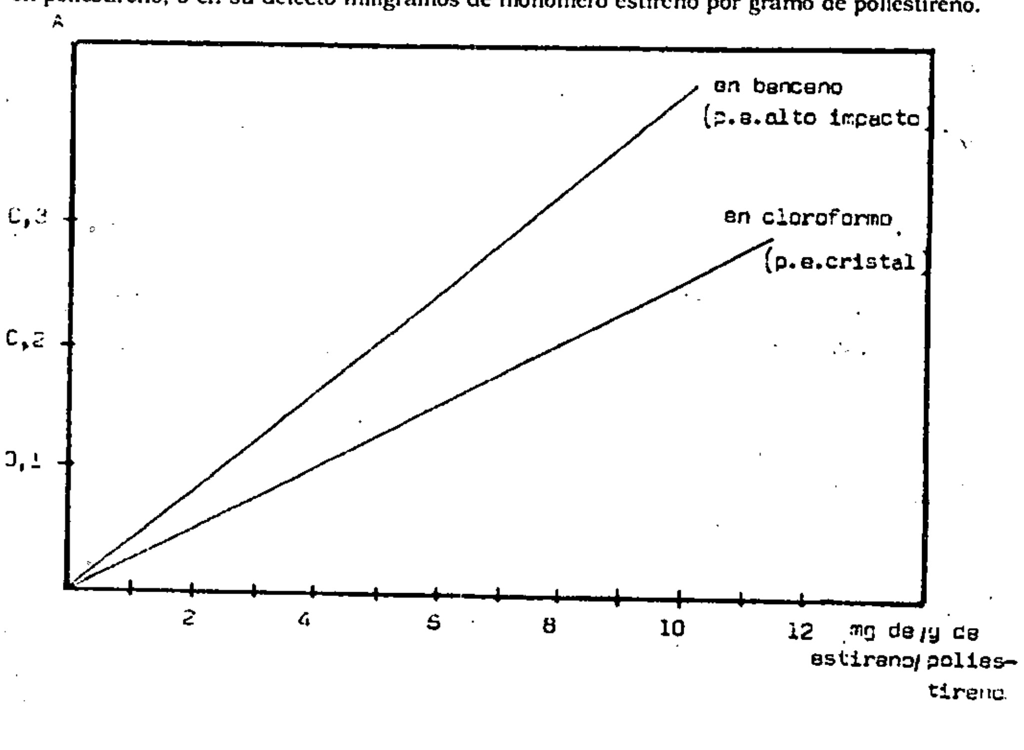
— Determinar el máximo de absorbancia (291,5 nm)

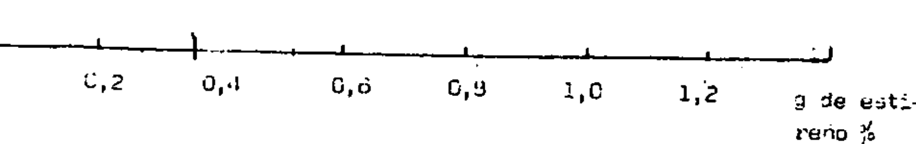
— Trazar una recta que sea tangente a la curva en el mínimo de absorbancia (288,5 nm) y que corte al ramal descendente a una longitud de onda equidistante (294,5 nm) con respecto al punto de máxima absorbencia (294,5 - 291,5 = 291,5 - 288,5)

Gráfico II

Curva de calibración:

Representar absorbancia corregida con respecto a porcentaje en peso del monómero estireno en poliestireno, o en su defecto miligramos de monómero estireno por gramo de poliestireno.





NOTA I:

Preparación del poliestireno puro (sin monómero). Disolver 10 g de poliestireno en 200 cm³ de metiletilcetona (MEK). Volcar sobre 500 cm³ de metanol, agitando. Precipitará el polímero. Filtrar a través de crisol con placa de vidrio sinterizado (porosidad 2 ó 3). Lavar el residuo varias veces con metanol y secar a 100ºC durante 30 minutos. Disolver en MEK y repetir la precipitación, filtración, lavado y secado.

NOTA II:

Si se utiliza una cantidad diferente de muestra (≥ lg) es necesario obtener una nueva curva de calibración.

Bibliografía:

— Method Number TLM-70 Sinclair - Koppers Company

Product Development. Technical Laboratory (1966)

B. METODO VOLUMETRICO

Principio:

Se determina el contenido de estireno y otros compuestos no saturados en poliestireno no modificado, midiendo su grado de insaturación, empleando solución de Wijs.

Materiales y equipos:

— Desintegrador

— Tamiz nº 40

— Matraz aforado de 250 cm³

— Erlenmeyer de 250 cm³, con tapa esmerilada.

— Pipeta aforada de 50 cm³

Reactivos:

— Solución de yoduro de potasio p.a. al 10 % p/v

— Indicador: Solución de almidón soluble al 1 % p/v

— Tetracloruro de carbono p.a.

— Solución de tiosulfato de sodio pentahidrato O, 1 N. Valorar esta solución.

— Solución de Wijs: Puede adquirirse en droguería.

Preparación: Disolver 8 ± 1 g de tricloruro de yodo y 9 ± 1 g de yodo en una mezcla de 300 cm³ de tetracloruro de carbono y 700 cm³ de ácido acético glacial. Filtrar a través de un crisol de vidrio sinterizado (nº 2) y guardar en la oscuridad. Usar después de transcurrido tres días.

Puede utilizarse monocloruro de yodo en lugar de tricloruro.

Otra forma para preparar esta solución está indicada en 11.6 Determinación del índice de yodo.

Preparación de la muestra:

Usar una muestra representativa. Pulverizarla hasta que pase por tamiz nº 40.

Procedimiento:

La determinación se efectúa por duplicado.

Pesar 10 ± 0,01 g de la muestra. Pasarlos a un matraz aforado de 250 cm³ Agregar 150 cm³ de tetracloruro de carbono. Dejar en reposo 10 minutos. Agitar hasta disolución total. Diluir con el mismo solvente hasta completar el volumen. Homogeneizar. Trasvasar 50 cm³ a un erlenmeyer seco. Agregar 10,0 cm³ de solución de Wijs. Colocar la tapa previamente mojada con la solución de yoduro de potasio. Dejar en reposo, 15 minutos, en la oscuridad y a 20 ± 5 ºC.

Después añadir rápidamente 15 cm³ de la solución de yoduro al 10 % y 100 cm³ de agua destilada. Tapar de inmediato el erlenmeyer. Agitar y valorar con la solución de tiosulfato de sodio. Agregar 2 cm³ del indicador cuando la solución titulada tome un color amarillo pálido.

Efectuar un ensayo en blanco en forma paralela. Mantener todas las condiciones estables especialmente la temperatura de la solución de Wijs.

Cálculo

$$E = \frac{0,052(V_1 - V_2)\ N^{o} \times 250}{50 \times P} \times 100$$

donde:

E = porcentaje de estireno y otros compuestos no saturados calculados como estireno, en por ciento.

V_1 = volumen de la solución de tiosulfato de sodio empleada en la valoración del blanco, en centímetros cúbicos.

V_2 = volumen de la solución de tiosulfato de sodio empleada en la valoración de la muestra.

N = normalidad de la solución de tiosulfato de sodio.

P = peso de la muestra, en gramos.

Promediar los valores obtenidos para los duplicados.

NOTA:

Al aplicar este método cuidar especialmente que:

— El tiempo que transcurre después del agregado de la solución de Wijs sea siempre exactamente el mismo.

— Que no haya pérdida de vapores de yodo al destapar el erlenmeyer y agregar la solución de yoduro y el agua destilada.

Bibliografía:

— Norma IRAM 13 310/62

13.23 — DETERMINACION DEL DESCENSO CRIOSCOPICO

Definición:

Descenso crioscópico de la leche es el descenso de su temperatura de congelación con respecto al agua. Se expresa en grados Celsius (ºC).

Principio:

La leche es sobreenfriada a una temperatura apropiada, para luego inducir su cristalización repentina por vibración mecánica. Esto determina que la temperatura se eleve hasta alcanzar un "plateau", que corresponde al punto de congelación de la muestra.

El aparato se calibra con soluciones estándar que tienen un punto de congelación conocido.

Alcance:

Este método es aplicable a la leche cruda, pasteurizada, esterilizada, entera y parcialmente descremada.

Materiales y equipos:

— Crióscopo:

Consiste en un baño de enfriamiento controlado termostáticamente, un termistor (termómetro a resistencia semiconductora) con circuito asociado y un galvanómetro o lectura exterior, un agitador para la muestra y un accesorio para iniciar el congelamiento ubicado dentro de los tubos de ensayo Baño de enfriamiento.

— Por inmersión. Un baño bien aislado que contiene un liquido de enfriamiento, cuya temperatura no fluctúe más allá de ± 0,5 ºC del valor nominal fijado por el fabricante y agitado en tal forma que la diferencia de temperatura entre dos puntos del líquido no exceda de 0,2 ºC.

Debe mantenerse constante el nivel del liquido y siempre por encima de la superficie libre de la muestra colocada en el tubo de ensayos.

— Con circulación. El liquido de enfriamiento circula continuamente alrededor del tubo que contiene la muestra. La fluctuación máxima de temperatura es la indicada antes.

Termistor y circuito acoplado:

El termistor será del tipo sonda de vidrio, de 1,80 ± 0,2 mm de diámetro y con un alambre de 0,31 mm de diámetro. La constante de tiempo del termistor será inferior a 2 s y ß mayor de 3000. (ß define las características resistencia - temperatura del termistor y depende del material utilizado para su construcción). El voltaje de trabajo, la corriente y la constante de disipación deberán ser tales que la temperatura del termistor no suba más de 0,0005 ºC en las cercanías de — 0,530 ºC.

La máxima tolerancia para la resistencia será de ± 5 %.

Cuando la sonda está en posición de trabajo en el crióscopo, el extremo de la perla de vidrio coincidirá con el eje del tubo de ensayos y estará 44,6 ± 0,1 mm por debajo de la parte superior del tubo. Un dispositivo permite fijar la sonda en esta posición.

Medición y accesorio para la lectura:

— Operación manual. La resistencia del termistor estará balanceada por medio de un puente de Wheatstone o accesorio similar, usando resistencias estables de alta calidad cuya tolerancia no sea mayor de ± 10 % y cuyo coeficiente de temperatura no exceda 20 ppm/ºC.

La resistencia variable (balance) no se apartará de la linealidad en todo su rango más del 0,3 % de su valor máximo.

Habrá un medio para ajustar la resistencia cuando se desee equilibrarla.

El dial para medir estará graduado a intervalos ≤ 0,001 ºC.

— Operación automática. El accesorio de lectura proveerá una discriminación de por lo menos 0,001 ºC en el rango Oa - 1ºC. Su estabilidad y su circuito asociada serán tales que sucesivas indicaciones de la misma temperatura no diferirán en más de 0,001 ºC.

La linealidad del circuito será tal que no se introduzca un error superior a ± 0,001 ºC en cualquier punto dentro del rango - 0,400 ºC a - 0,600 ºC cuando se opera correctamente el instrumento.

— Alambre para agitar. Para agitar la muestra se usa un alambre de metal inerte a la leche y con un diámetro entre 1 y 1,5 mm, deberá ajustarse su amplitud de movimiento y montarse verticalmente con su extremo libre al mismo nivel que el extremo del termistor, nunca por debajo. (Se admite una tolerancia de 1,5 mm). El alambre agitador vibrará lateralmente con una adecuada amplitud (aprox. ± 1,5 mm) para asegurarse que la temperatura de la muestra permanezca uniforme durante la terminación. En ningún momento el agitador debe tocar el termistor o las paredes del tubo.

— Accesorio para iniciar el congelamiento. Cuando opera se inicia instantáneamente el congelamiento de la muestra de tal manera que la temperatura se eleva hacia el punto de congelación.

El alambre para agitar puede usarse también con este propósito; un método es aumentar la amplitud de la vibración durante 1 a 2 segundos de modo que el agitador golpee las paredes del tubo que contiene la muestra.

— Suministro de electricidad. El voltaje de línea suministrado deberá estabilizarse dentro o fuera del equipo asegurando que la fluctuación no sobrepase ± 1 % del valor nominal cuando los medios de suministro fluctúen ± 6 %.

El crióscopo al cual se hace referencia en el Procedimiento es el Crióscopo automático ADVANCE modelo 4DII.

— Tubos de ensayos de vidrio de 50,8 ± 0,1 mm de alto, 16,0 ± 0,1 mm de diámetro externo y 13,5 ± 0,1 mm de diámetro interno.

— Pipeta aforada de 2 cm³.

— Matraz aforado de 1.000 cm³.

— Balanza analítica con sensibilidad al 0,1 mg.

— Horno de mufla mantenido al 300 ± 25 ºC.

— Desecador con sílica gel.

Reactivos:

— Cloruro de sodio para análisis, cristales pequeños, secado en horno de mufla a 300 ± 25 ºC durante 5 h. o en su defecto en estufa a 130 ± 1ºC por lo menos 24 h. y enfriado a temperatura ambiente en el desecador.

— Agua destilada hervida y enfriada a 20 ± 2 C inmediatamente antes de su utilización.

— Solución acuosa de etilénglicol al 33 % v/v, para el baño refrigerante.

Preparación de las soluciones patrón:

— Solución patrón correspondiente a una disminución del punto de congelación de 0,408 ºC (0,422H, grados Horvet): pesar 6,859 g de cloruro de sodio p.a. seco, en un vaso de precipitados. Disolver en agua destilada y transferir cuantitativamente a un matraz aforado de 1.000 cm³.
Completar hasta el enrase con agua destilada a 20 ± 2 C. Desechar la solución a los 2 meses.

Almacenar la solución a 5 ºC en frascos de polietileno bien tapados con una capacidad máxima de 250 cm³.

— Solución patrón correspondiente a una disminución del punto de congelación de 0,600 ºC (0,621H): pesar 10,155 g de cloruro de sodio p.a. seco; continuar como se indicó antes.

NOTA:

Antes de usar las soluciones, invertir y rotar suavemente los frascos para mezclar el contenido. No agitar, podría incorporarse aire.

— Soluciones patrones intermedias y disminución correspondiente del punto de congelación:

g NaCl/ 1.000 cm³	ºH	ºC
6,859	0,422	0,408
7,820	0,480	0,464
8,151	0,500	0,483
8,317	0,510	0,492
8,482	0,520	0,502
8,648	0,530	0,512
8,813	0,540	0,521
8,979	0,550	0,531
9,145	0,560	0,541
10,155	0,621	0,600

Procedimiento:

Calibración del aparato.

Encender el aparato y dejarlo como mínimo media hora en funcionamiento antes de realizar las determinaciones. En el equipo Advance la luz que indica su funcionamiento deberá encenderse y apagarse intermitentemente.

Controlar el nivel del líquido refrigerante agregando siempre, al comienzo de cada jornada, unas gotas de solución refrigerante.

Se considera que el nivel es normal cuando el líquido rebalsa y cae por el vertedero.

Colocar 2 cm³ de la solución que corresponde a la disminución del punto de congelación de 0,408 ºC (0,422 H) en un tubo de ensayo seco y enjuagado con la misma solución.

Limpiar bien con papel absorbente suave el termistor y el agitador. Colocar el tubo en el aparato. Controlar la calibración. (En el ADVANCE: oprimir el botón de control, el aparato actuará automáticamente y aparecerá un resultado en el visor digital).

Si el valor leído es superior o inferior a 0,408 ºC (0,422 H) ajustarlo como indique el manual correspondiente. Si el resultado difiere en ± 0,002 ºC (o ºH) se considera correcta la calibración.

No se deben efectuar ajustes mientras se realiza una medición. Repetir la calibración con una nueva porción de solución patrón hasta que el valor que aparece en el visor concuerde con el de la solución.

Completar la calibración utilizando la solución que corresponde a la disminución del punto de congelación de 0,600 ºC (0,621 ºH) en forma similar a lo indicado antes.

Repetir el procedimiento hasta que dos lecturas sucesivas del aparato coincidan con los valores correspondientes a las soluciones patrón.

Medición del punto de congelación:

Calibrar diariamente el crióscopo.

Es conveniente que las muestras a ensayar y las soluciones estándar se encuentren a la misma temperatura (entre 0 y 5 ºC, o a temperatura ambiente). Antes del ensayo eliminar cualquier cuerpo extraño o glóbulo de grasa por filtración a través de lana de vidrio. Las muestras pueden conservarse hasta 3 meses a -18 ºC.

Colocar 2,0 cm³ de leche, previamente mezclada por suave agitación, en un tubo de ensayos seco y enjuagado con la misma muestra.

Limpiar cuidadosamente con papel absorbente, el termistor y el agitador. Colocar el tubo en el aparato.

Controlar según indique el manual. En el ADVANCE oprimir el botón de control y esperar por el resultado.

Repetir la operación hasta que 2 mediciones consecutivas no difieran en más de 0,002 ºC (o ºH).

Si el congelamiento de la muestra se inicia antes del rango de temperatura establecido, repetir el ensayo con otra porción. Si se repite la anormalidad calentar la muestra a 45 ºC durante 5 minutos para que funda la grasa cristalizada. Llevar a temperatura ambiente.

Limpiar cuidadosamente el termistor y el agitador con papel absorbente inmediatamente después de realizada la determinación a fin de evitar el depósito de residuos sólidos sobre sus superficies.

Expresión de los resultados:

El resultado final se expresará en ºC. Si el crióscopo estuviera calibrado en grados Horvet (º H), aplicar la siguiente fórmula para realizar la conversión correspondiente.

ºC= 0,96418 ºH + 0,00085

El resultado final se expresará en tres cifras decimales y será el promedio de los valores obtenidos para la muestra y los duplicados.

Los duplicados no deben diferir entre sí en más de 0,002 ºC (ºH).

NOTA:

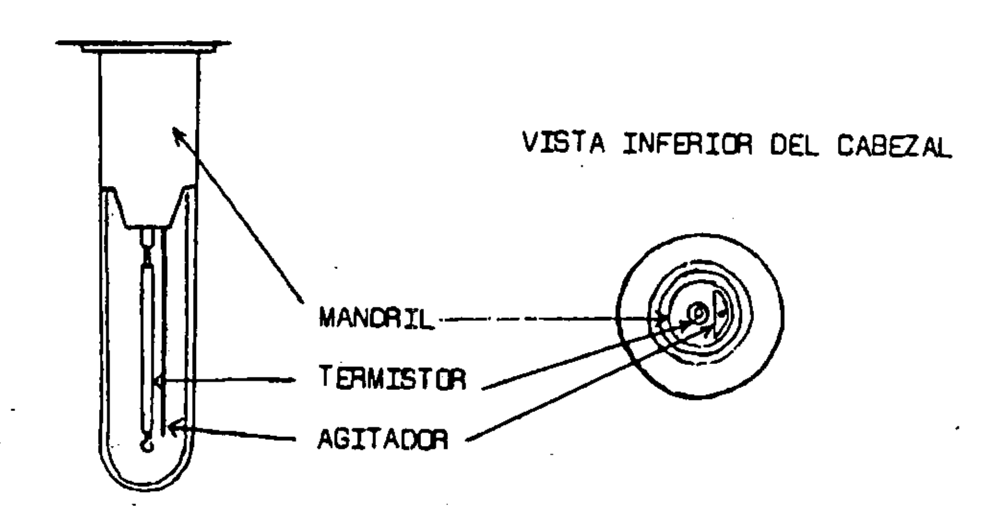
El punto de congelación puede resultar afectado por tratamientos como la esterilización y la pasteurización al vacío así como por una acidez superior a 0,18 g de ácido láctico por 100 cm³ de leche.

BIBLIOGRAFIA:

— Advance Instruments Inc. "Manual de Instrucciones de Crióscopo Automático Advance Digimatic 4 DII", Massachusetts, 1978.

— Federación Internacional de Lechería, norma provisoria FIL-IDF 108: 1982.

— CITIL - INTI Método LF. 07a.



POSICION CORRECTA DEL TRANSMISOR Y DEL AGITADOR

LECHE EN POLVO

13.30 — DETERMINACION DE ACIDEZ Y ph

Reconstitución de la leche en polvo.

Pesar 13,0 g de leche entera ó 10,0 de leche descremada en polvo en un vaso de precipitados de 100 cm³. Agregar 50 cm³ de agua destilada calentada a menos de 40 ºC. Revolver con varilla de vidrio e ir pasando el soluble a un matraz aforado de 100 cm³. Agregar una gota de alcohol octílico. Enjuagar el vaso con tres porciones de 15 cm³ de agua destilada. Enfriar el contenido del matraz y llevarlo a volumen con agua destilada. Agitar. Sobre una porción determinar acidez y sobre otra el ph. Las determinaciones deben efectuarse de acuerdo con las técnicas establecidas para leche fluida.

13.31 - DETERMINACION DE LA HUMEDAD

Definición:

Es la pérdida de peso, expresado como porcentaje en peso, que experimenta la muestra por calentamiento bajo las condiciones del método.

Principio:

Consiste en calentar la muestra a 102 ± 2 ºC en una estufa hasta obtener peso constante.

Materiales y equipos:

—Balanza analítica, sensibilidad 0,1 mg.

—Cápsulas de aluminio, níquel, acero inoxidable o vidrio, provistas de tapa con buen ajuste. Dimensiones adecuadas: diámetro y profundidad aproximado, 50 y 25 mm respectivamente.

— Desecador conteniendo silicagel con indicador de humedad.

— Estufa de aire regulada a 102 ± 2 ºC.

— Frascos con tapa de cierre hermético.

Procedimiento:

Preparación de la muestra.

Transferir toda la muestra de leche en polvo a un frasco seco con tapa de cierre hermético, de capacidad alrededor del doble del volumen de la muestra y mezclar íntimamente agitando y rotando el frasco.

Determinación:

Destapar la cápsula y colocar la cápsula y su tapa en la estufa a 102 ± 2 ºC durante 1 hora. Tapar la cápsula, dejarla enfriar a temperatura ambiente en desecador y pesar.

Colocar aproximadamente 1 g de leche en polvo en la cápsula, tapar y pesar rápidamente al 0,1 mg.

Calentar la cápsula destapada y su tapa en la estufa a 102 ± 2 ºC durante 2 horas, colocar la tapa, dejar enfriar a temperatura ambiente en desecador y pesar.

Repetir el proceso hasta que pesadas sucesivas no difieran en más de 0,5 mg. Generalmente el secado se completa en 2 horas.

Cálculo:

$$\text{Humedad, g/100 g} = \frac{p_1 - p_2}{p} \times 100$$

donde:

p_1 = peso inicial de la cápsula y tapa más la leche en polvo tomada para el análisis, en gramos.

p_2 = peso final de la cápsula y tapa más la leche en polvo secada, en gramos.

p = peso de leche en polvo tomada para el análisis, en gramos.

Repetibilidad

Para un mismo operador y equipo, las determinaciones por duplicado no deben diferir entre sí en más de 0,06 g/100 g.

Bibliografía:

— Norma Internacional FIL - IDF 26:1964.

13.32 — DETERMINACION DE LA MATERIA GRASA

A. METODO DE GERBER:

Principio:

Disolución de todas las sustancias, excepto la materia grasa, con ácido sulfúrico concentrado. El alcohol amílico produce la desestabilización del glóbulo graso y la centrifugación lo separa totalmente de la fase ácida. El porcentaje en peso de la grasa se lee directamente en el cuello graduado del butirómetro.

Materiales y equipos:

— Balanza granataria, sensibilidad 0,1 g.

— Baño termostático a 65 ± 1°C.

— Centrífuga para análisis Gerber, 1.500 r. p. m.

— Butirómetro estándar para leche en polvo, graduado de 0 a 35 %, con tapón de goma.

— Probeta de 100 cm³ o recipiente adecuado para mantener el butirómetro en posición vertical.

— Pipeta de 10 cm³, graduada.

— Pipetas de 1 y 10 cm³.

— Espátula.

Reactivos:

— Acido sulfúrico ρ (20°C) = 1,820 ± 0,005 g/cm³

— Acido amílico ρ (20°C) = 0,811 ± 0,002 g/cm³ libre de furfural.

Procedimiento:

Colocar el butirómetro dentro de la probeta con la boca hacia arriba. Introducir 10 cm³ de ácido sulfúrico y luego 11 cm³de agua destilada de tal manera que no se mezclen y queden dos capas. Agregar, a continuación, 2,5 g de leche en polvo dentro del butirómetro. Agregar 1 cm³ de alcohol amílico y asegurar el tapón de goma. Dispersar la leche en polvo agitando vigorosamente durante 145s. Invertirlos tres veces y continuar la agitación 5 min. más, invirtiendo el butirómetro varias veces. No deben quedar restos de leche sin disolver. Colocar el butirómetro 5 min. en baño de agua a 65°C, con el bulbo hacia arriba. Centrifugar 15 min. Volverlo al baño otros 5 min. Reunir la grasa en el bulbo graduado, ajustando el tapón sin es necesario. Leer el porcentaje. A continuación centrifugar 5 min. Volver a introducir en el baño otros 5 min. y releer el porcentaje de grasa. La diferencia entre las dos lecturas no debe ser mayor que 0,1 %. En caso contrario repetir centrifugación y calentamiento tantas veces como sea necesario.

Corregir el último valor leído según está indicado en la TABLA:

LECTURA	CORRECCION
0,1 — 0,4	+ 0,6
0,5 — 2,5	+ 0,5
2,6 — 5,0	+ 0,4
5,1 — 9,0	+ 0,3
9,1 — 13,0	+ 0,2
13,1 — 17,0	+ 0,1
17,1 — 22,0	- ——
22,1 — 26,0	- 0,1
26,1 — 31,0	- 0,2
31,1 — 35,0	- 0,3

NOTA: Queda invalidado cualquier ensayo en el cual la columna con la grasa se haya oscurecido, o que haya carbonización o restos de sólidos en la línea de contacto.

Expresión de los resultados:
Expresar el resultado con una cifra decimal.
Obtenerlo promediando el valor correspondiente a la muestra y a un duplicado.
La diferencia entre ambos no debe exceder de 0,05 %.

Bibliografía:

— Neth. Milk Dairy J. 26 (1972) 3 — 10
— Ministerio de Agricultura de Francia. Método CHIMIE — III — 3b.
— NIRO ATOMIZER "Analitical Methods por Dry Milk Products" — 3º Edition Copenhagen 1976 — Method Nº A 9b.
— Instituto Argentino de Racionalización de Materiales. Norma IRAM 14.003 Set. de 1960.
— CITIL. Método L. P. 02. a

B. METODO DE ROSE — GOTTLIEB

METODO DE REFERENCIA

Principio:

La leche es tratada con amoniaco y alcohol para desagregar las proteínas. La grasa liberada es extraída con éter dietílico y éter de petróleo.

Materiales, equipos y reactivos:

Ver "Determinación de la materia grasa" en leche fluida.

Procedimiento:

Pesar rápidamente al 1 mg. alrededor de 1 g de leche entera en polvo o 2 g de leche desengrasada, previamente homogeneizada, en un vaso de precipitados de 100 cm³. Agregar 1 cm³ de agua destilada y revolver hasta obtener una pasta uniforme. Agregar 9 cm³ más de agua y 1,5 cm³ de hidróxido de amonio. Calentar en baño de agua durante 15 minutos a 60-70°C. Enfriar. Pasar a una ampolla de decantación con 10 cm³ de etanol. Mezclar bien y procesar como se indicó para leche fluida empezando con "añadir 25 cm³ de éter dietílico..."

Antes de la segunda extracción agregar 4 cm³ de etanol.
Para leche entera efectuar una tercera extracción omitiendo el agregado de etanol y usando 15 cm³ de cada solvente, después de agregar en la ampolla cantidad suficiente de agua como para llevar la capa acuosa a su volumen original.

NOTA: Con el objeto de verificar si la masa extraída no contiene materia extraña añadirle de 15 a 25 cm³ de éter de petróleo. Calentar ligeramente y agitar con movimiento rotatorio hasta que se haya disuelto toda la grasa. Cuando la materia extraída sea totalmente soluble en éter de petróleo, su peso se considera como el correspondiente a lípidos totales. En caso contrario o en caso de duda y siempre en todo caso de controversia, dejar depositar la materia no disuelta y decantar. Repetir el lavado con éter de petróleo caliente y la decantación. (Enjuagar tres veces la parte externa del cuello del vaso). Secar el insoluble durante 1 hora en estufa, dejar enfriar en desecador y pesar al 0,1 mg.

Cálculo: expresar los resultados con un decimal.

$$\text{Materia grasa, g/100 g} = \frac{(a - b) \times 100}{p}$$

donde:
a = peso de la materia grasa aislada, en gramos
b = peso del blanco de reactivos, en gramos
p = peso de la muestra, en gramos

Repetibilidad:

La diferencia entre dos determinaciones efectuadas por el mismo analista sobre la misma muestra y simultáneamente no debe ser superior a 0,2 g/100 g de productos.

Bibliografía:

— Official Methods of Analysis of the Association of Official Analytical Chemists 1975. Párrafo 16.181 pág. 277.

— Código de principios referentes a la leche y los productos lácteos. Normas internacionales y métodos normalizados de toma de muestras y análisis para los productos lácteos.
Comisión del Codex Alimentarius. 7a. Edición. CAC/M1-1973- Norma Nº B-2 (1967) pág. 73

— Standards for Grades of Dry Milk. Bulletin 916 (Revised) American Dry Milk Institute, Inc. Chicago, Illinois. 1971 pág. 24.

13.33 — DETERMINACION DE CENIZAS

Materiales, equipos y reactivos:
Como figura para leche fluida.

Procedimiento:

Pesar 2 ± 0,01 g de leche en polvo en una cápsula previamente tratada. Seguir igual que para leche fluida incluido Cálculo, desde "secar en estufa...".

13.34 — DETERMINACION DE PROTEINAS TOTALES

A. METODO SEMIMICRO-KJELDHAL

Materiales, equipos y reactivos:
Como figuran para leche fluida.

Procedimiento:

Pesar de 0,1 a 0,2 g de leche en polvo entera o descremada en un dedal; introducirlo en un balón Kjedahl de 100 cm³. Seguir igual que para leche fluida, incluido Cálculo.

B. METODO MACRO-KJELDAHL

Principio:

Consiste en descomponer las sustancias orgánicas por ebullición con ácido sulfúrico concentrado y sulfato de cobre como catalizador. Se agrega también sulfato de sodio para aumentar el punto de ebullición del ácido. En este proceso todo el nitrógeno presente queda bajo la forma de sulfato de amonio. Esta sal es tratada con hidróxido de sodio al 40 % que libera el amoniaco que después es arrastrado por destilación y recogido en una solución de ácido sulfúrico 0,1 N. A continuación se valora el exceso de ácido con solución de hidróxido de sodio 0,1 N.

Materiales y equipos:

— Balanza analítica, sensibilidad 0,1 mg.
— Aparato para análisis macro-Kjeldahl eléctrico, con digestores y destiladores combinados.
— Balón de Kjeldahl de 500 cm³ de capacidad.
— Tubo burbujeador conectado a continuación del refrigerante.
— Bureta de 25 cm³ de capacidad, graduada al 0,1 cm³.
— Agitador magnético.
— Erlenmeyer de 250 cm³ con graduaciones cada 50 cm³.
— Probeta de 100 y 250 cm³.
—Vaso de precipitados de 250 cm³.
— Pipeta de 25 cm³.
— Pipeta de 1 cm³, graduada.

— Piedra pomez molida o material similar.
— Espátula.
— Barra magnética.
— Tubo de ensayos de aproximadamente 50 mm de largo para pesar la muestra.

Reactivos:

— Sulfato de sodio anhidro granular p. a.
— Sulfato de cobre pentahidrato p. a.
— Acido sulfúrico concentrado 95-97 % ($d_{20°C}$ = 1,84 g/cm³)
— Solución de hidróxido de sodio 40 % p/v: pesar 40 g de hidróxido de sodio en lentejas, disolver en 100 cm³ de agua destilada.
— Solución de ácido sulfúrico 0,1 N: medir 2,67 cm³ de ácido sulfúrico concentrado ($d_{20°C}$ = 1,84 g/cm³) y agregarlo sobre 500 cm³ de agua destilada, homogeneizar y diluir a 1000 cm³. Valorar (N_1)
— Solución de hidróxido de sodio 0,1 N: disolver 4 g de hidróxido de sodio p. a. en 1000 cm³ de agua destilada previamente hervida y enfriada. Valorar esta solución con una droga estandar (N_2).
— Solución de rojo de metilo al 0,02 %: pesar 0,02 g de rojo de metilo, disolver en etanol al 96 % y diluir a 100 cm³ con el mismo solvente.

Procedimiento:

Pesar al décimo de mg 0,5 g de leche en polvo dentro de un tubito de vidrio. Introducirlo en el balón de Kjeldahl. Agregar sucesivamente 10 g de sulfato de sodio anhidro, 0,2 g de sulfato de cobre pentahidrato y 25 cm³ de ácido sulfúrico concentrado. Colocar el balón en el digestor y calentar cuidadosamente hasta que toda la muestra sea digerida. Debe desaparecer todo vestigio de materia carbonosa y la solución debe quedar totalmente limpia. Dejar enfriar. Paralelamente efectuar un blanco de reactivos, con el agregado de una punta de espátula de glucosa u otra sustancia libre de nitrógeno.

Conectar el balón de Kjeldahl al refrigerante interponiendo una trampa de vapor. A la salida del refrigerante colocar un tubo burbujeador que quede sumergido 1 cm por debajo de la superficie libre de 25 cm³ de la solución de ácido sulfúrico 0,1 N (V_1), que contiene 1 cm³ del indicador. Esta solución se encuentra contenida en un erlenmeyer.

Agregar en el balón Kjeldahl rápidamente y homogeneizando cada vez, una punta de espátula de piedra pómez molida, 200 cm³ de agua destilada y 100 cm³ de solución de hidróxido de sodio al 40 % p/v. Conectar nuevamente el balón al refrigerante sin pérdida de tiempo para evitar la pérdida de amoniaco.

Calentar suavemente al principio y luego con cuidado hasta que comienza la ebullición. Continuar el calentamiento y recoger entre 100 y 150 cm³ de destilado en 30 min. Finalmente desconectar el aparato, enjuagar con agua destilada el extremo del tubo burbujeador y titular el exceso de ácido hasta el viraje del rojo al amarillo neto. En la titulación conviene utilizar un agitador magnético (V_2).

Cálculo:

$$\text{Nitrógeno total g/100 g} = \frac{a \times 0{,}14}{p} = \frac{(V_1\ N_1 - V_2\ N_2)\ 0{,}014 \times 100}{p}$$

$$\text{Proteínas g/100 g} = \frac{a \times 0{,}14}{p} \times 6{,}38$$

donde:
a = volumen de ácido sulfúrico 0,1 N neutralizado por el amoniaco, en centímetros cúbicos.
p = Peso de la muestra, en gramos.

Expresión de los resultados:

Expresar el resultado de nitrógeno total con dos cifras decimales. Obtenerlo promediando el correspondiente a la muestra y a un duplicado. La máxima desviación entre dos determinaciones no debe exceder de 0,05 % de nitrógeno total.
Expresar el resultado de proteínas con una cifra decimal.

Bibliografía:

— Instituto Argentino de Racionalización de Materiales. Norma IRAM 14.006, agosto de 1958.
— Federación Internacional de Lechería. Norma FIL — IDF 20: 1962
— CITIL Método LP. 05. a.

13.35 — DETERMINACION DE LACTOSA

METODO DE LUFF — SCHOORL

METODO DE REFERENCIA

Materiales, equipos y reactivos:

Como figuran para leche fluida.

Procedimiento:

Igual que para leche fluida, incluido Cálculo, utilizando la leche reconstituida. Referir el resultado a leche en polvo entera o descremada multiplicando por $\frac{100}{13}$ ó $\frac{100}{10}$ respectivamente.

13.36 — DETERMINACION DE LA DISPERSABILIDAD DE LA LECHE EN POLVO INSTANTANEA

Definición:

Dispersabilidad es el porcentaje en peso de la materia seca de la muestra que puede dispersarse en agua, determinado por el procedimiento especificado.

Principio:

Consiste en distribuir uniformemente una porción de la muestra de contenido de humedad conocido, sobre la superficie de agua a 25 °C, agitar manualmente durante un corto tiempo, filtrar parte de la mezcla a través de un tamiz y determinar el contenido de sólidos totales del liquido recogido.

Materiales y equipos:

— Recipiente con tapa hermética que tenga una capacidad que sea aproximadamente el doble del volumen de la muestra.
— Balanza granataria con precisión al 0,1 g.
— Cuchara de capacidad adecuada para pesar la muestra a ensayar.
— Placa de vidrio: 120 x 120 x 2,5 mm, con bordes esmerilados.
— Termómetro adecuado para indicar una temperatura de 25 ± 1 °C.
— Vaso de precipitados con pico, capacidad 600 cm3, diámetro externo 90 ± 2 mm, altura 126 ± 3 mm, graduado a 150 y 250 cm³, con el borde en un plano horizontal paralelo a la base (Fig. 1).
— Tubo de vidrio, longitud 65 mm, diámetro externo 80 ± 1,8 mm, espesor de pared 2,5 ± 0,3 mm, con los bordes esmerilados paralelos entre sí y perpendiculares al eje longitudinal (Fig. 1).
— Soporte y agarradera para sostener el tubo de vidrio
— Pincel adecuado para separar la muestra ensayada de la cuchara.
— Espátula de acero inoxidable, espesor 1 mm, longitud total 250 mm, longitud de la hoja 135 mm, ancho de la hoja 25 mm (Fig. 2).
— Cronómetro 60 s, numerado a intervalos de 5 s que indique intervalos de 1 s a 0,5 s (o menos).
— Tamiz, diámetro 200 mm, de tela metálica, IRAM 149 µm (ASTM Nº 100), con fondo colector.
— Erlenmeyer, de 250 cm³, con tapa.
— Embudo de vidrio adecuado para transferir el contenido del fondo colector del tamiz al erlenmeyer.

Reactivos:

— Agua destilada.

Muestreo:

Colocar la muestra para el laboratorio en un recipiente limpio y seco, que se debe llenar completamente y cerrar con tapa de cierre hermético, sin aplastar el contenido para evitar la reducción del tamaño de las particulas.

Preparación de la muestra de ensayo:

Transferir toda la muestra, que debe estar a temperatura ambiente, al recipiente cuya capacidad es aproximadamente el doble de su volumen y taparlo inmediatamente. Mezclar perfectamente invirtiendo y rotando muy suavemente el recipiente, para evitar la reducción del tamaño de partícula de la muestra.

Procedimiento:

Pretratamiento de la muestra:

Antes de realizar el ensayo mantener la muestra a la temperatura ambiente del laboratorio (20 a 25 °C) durante 48 horas como mínimo (Nota 1).

Contenido de humedad de la muestra pretratada:

Determinar por duplicado el contenido de humedad de la muestra pretratada al 0,01 % p/p y calcular el promedio (al 0,1 % p/p). (Aplicar el Método de determinación de humedad en leche en polvo).

Método de ensayo:

Efectuar el ensayo por duplicado.

Mezclar la muestra pretratada muy suavemente por inversión y rotación del recipiente contenedor y pesar en la cuchara 26 ± 0,1 g de leche en polvo descremada ó 34 ± 0,1 g de leche en polvo entera.

Pesar 250 ± 0,1 g de agua, a 25 ± 1 °C en el vaso de precipitados cuidando de no mojar su pared interior por encima del nivel final.

Colocar el vaso sobre la base del soporte, apoyar la placa de vidrio sobre el vaso cubriéndolo y luego el tubo de vidrio sobre la placa, sujetándolo con la agarradera de modo que quede centrado sobre el vaso. Cuidar que la placa pueda ser retirada sin dificultad por deslizamiento.

Transferir la muestra pesada al interior del tubo, usando el pincel si es necesario y distribuir la muestra uniformemente sobre la placa de vidrio utilizando la espátula.

Poner en marcha el cronómetro y después de 1 minuto cuando indique 0/60 s, retirar la placa de vidrio con una mano (sosteniendo el vaso con la otra mano) de modo que la porción en ensayo caiga progresivamente sobre la superficie del agua. El retiro de la placa de vidrio se debe realizar con un movimiento continuo, lento y completarse en aproximadamente 2,5 s.

Retirar inmediatamente el vaso colocado debajo del tubo de vidrio y cuando el cronómetro indique 5 s, introducir la espátula a lo largo de la pared del vaso hasta que toque el fondo. Durante los 5 s siguientes agitar el contenido con la espátula completando un movimiento de agitación por segundo, es decir, un movimiento suave continuo de la espátula a través del vaso, de ida y vuelta de un lado al opuesto, con el extremo de la espátula en contacto continuo con el fondo del vaso e inclinando la espátula separándola de la pared al final de cada medio movimiento de agitación, de modo que se reduzca al mínimo la acumulación de leche en polvo sin humedecer en las paredes del vaso. Sin interrupción, prolongar la agitación durante 15 s a igual velocidad pero manteniendo la espátula siempre en posición vertical. Mientras se efectúan estos 20 movimientos completos, en los 20 s totales de agitación, hacer rotar el vaso sobre la base del soporte de modo tal que realice aproximadamente un giro completo (360º).

Después de completar la agitación, dejar reposar el contenido del vaso durante 30 s, es decir, hasta que el cronómetro indique 55 s y luego, sin perturbar el sedimento eventualmente presente, verter rápidamente el liquido, hasta aproximadamente la marca de 150 cm³, sobre el tamiz provisto del respectivo fondo colector. Distribuir el liquido uniformemente sobre el tamiz. No inclinar o mover el tamiz durante el filtrado. Para facilitar el filtrado del liquido a través del tamiz, éste es humedecido previamente con agua y el exceso es eliminado por secado con una toalla (la superficie superior e inferior de la tela metálica se secan superficialmente).

El fondo del colector debe estar limpio y seco.

Treinta segundos después de comenzar el filtrado por el tamiz, es decir, cuando el cronómetro vuelve a indicar 25 s, transferir el contenido del fondo colector al erlenmeyer utilizando el embudo. Tapar el erlenmeyer. Mezclar perfectamente el liquido en el erlenmeyer por inversión repetida. Determinar por duplicado el extracto seco total del liquido y calcular el promedio al 0,1 % p/p. (Aplicar el Método de determinación de extracto seco en leche).

Cálculo:

$$\text{Dispersabilidad de la leche en polvo descremada, g/100 g} = \frac{T \times 962}{100 - (H + T)}$$

$$\text{Dispersabilidad de la leche en polvo entera, g/100 g} = \frac{T \times 735}{100 - (H + T)}$$

donde:

T = extracto seco total, en g/100 g en el liquido filtrado.

H = contenido de humedad, en g/100 g de la muestra pretratada.

Si estos valores cumplen con los requisitos de repetibilidad, informar el valor promedio, sin decimales, como dispersabilidad de la muestra (Nota 2).

Repetibilidad:

La diferencia entre duplicados de la dispersabilidad obtenidos en un breve intervalo de tiempo por un mismo analista, no debe exceder de 4 g/100 g.

Nota 1: este pretratamiento es necesario para que la influencia sobre la dispersabilidad que tiene el estado fisico de la grasa, sea constante para todas las muestras.

Nota 2: las fórmulas de cálculo de la dispersabilidad, se obtienen de la siguiente forma:

Si P_1 gramos (sustancia seca + agua) de la porción de muestra ensayada (p gramos) se dispersan en los 250 g de agua, entonces:

$$T = \frac{p_1 \times \frac{(100 - H)}{100} \times 100}{250 + p_1}$$

y por consiguiente

$$P_1 = \frac{250 \times T}{100 - (H + T)}$$

y como

$$D = \frac{p_1 \times \frac{(100 - H) \times 100}{100}}{p \times \frac{100 - H}{100}} = \frac{p_1 \times 100}{p}$$

$$= \frac{250 \times T}{100 - (H + T)} \times \frac{100}{p}$$

Esta fórmula se puede simplificar como sigue:

Para la leche en polvo descremada donde p = 26 g.

$$D = \frac{T \times 962}{100 - (H + T)}$$

Para leche en polvo entera donde p = 34 g.

$$D = \frac{T \times 735}{100 - (H + T)}$$

Bibliografía:

— Norma FIL — IDF 87: 1979 E 87

13.37 — DETERMINACION DE HUMECTABILIDAD (tiempo de humectación de leche en polvo instantánea)

Definición:

Tiempo de humectación: tiempo en segundos, determinado por el procedimiento especificado requerido para que todas las particulas de la leche en polvo se humedezcan cuando se echan sobre la superficie del agua.

Principio:

Consiste en distribuir uniformemente una porción de la muestra sobre la superficie de agua a 25 ºC y determinar el tiempo requerido para que todas las particulas se hundan por debajo de dicha superficie y cualquier resto que quede sobre ella tome un aspecto tipicamente húmedo.

Materiales y equipos:

Como se indica en el Método 13.36

Reactivos:

Agua destilada

Muestreo y pretratamiento de la muestra de ensayo:

Como se indica en el método de determinación de la dispersabilidad.

Método de ensayo:

Efectuar el ensayo por triplicado.

Mezclar la muestra pretratada muy suavemente invirtiendo y rotando el recipiente contenedor unas pocas veces y pesar en la cuchara 10 ± 0,1 g de la leche en polvo descremada o entera. Pesar en el vaso de precipitados seco 250 ± 1 g de agua, a 25 + 1ºC cuidando de no mojar el interior del vaso por encima del nivel final del agua. Realizar las operaciones descriptas en el método de determinación de la dispersabilidad desde "Colocar el vaso sobre la base..." hasta "... en aproximadamente 2,5 s".

Retirar inmediatamente y con suavidad el vaso colocado debajo del tubo y dejarlo en reposo. Tan pronto como las particulas de la porción ensayada se han humedecido (ver Principio) detener el cronómetro y registrar el tiempo transcurrido en segundos (con aproximación de 1 segundo) desde la puesta en marcha del cronómetro (t segundos).

Cálculo:

Tiempo de humectación en segundos = t - 60

donde:

t = tiempo en segundos registrado en el ensayo. Informar el promedio de las determinaciones efectuadas por triplicado, con aproximación del segundo, como tiempo de humectación de la muestra.

Repetibilidad:

La repetibilidad depende de la muestra y de la uniformidad con que se realizó el proceso industrial para aumentar la humectabilidad de la leche en polvo. Por ello, se recomienda informar el promedio y los tres valores individuales.

Bibliografía:

— Norma FIL — IDF 87: 1979 E-87 Anexo B

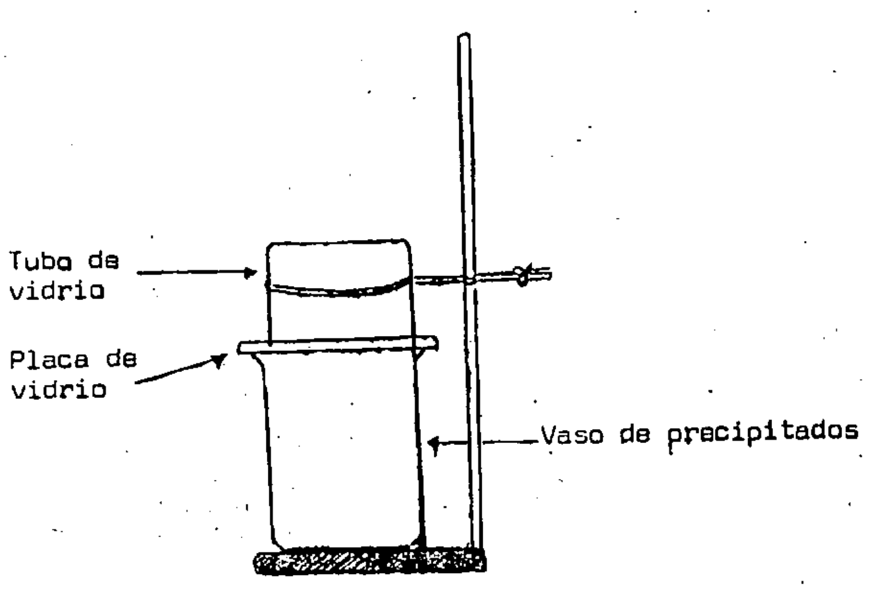


Fig. 1 Dispositivo para la determinación de la dispersabilidad.

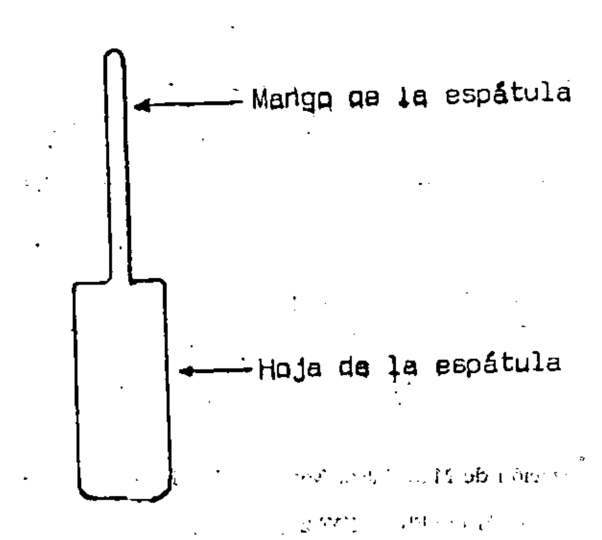


Fig. 2 Espátula

13.38 — INDICE DE SOLUBILIDAD

A. METODO ADMI

METODO DE REFERENCIA

Definición:

Se entiende por indice de solubilidad el volumen de sedimento que queda después de reconstituir la leche y centrifugar un volumen de 50 cm3, de acuerdo con el método descripto.

Principio:

La leche en polvo se dispersa en agua destilada mediante un agitador eléctrico. Se centrifuga en un tubo graduado en condiciones determinadas y se lee el volumen de sedimento, que depende de la solubilidad del producto.

Materiales y equipos:

— Balanza, sensibilidad 0,01 g.

— Recipiente de vidrio, para emplear con el mezclador eléctrico.

— Mezclador eléctrico Waring comercial de 7 velocidades con vaso de vidrio de 1.136 cm³ de capacidad (Waring Catalog nº 7012G; modelo Waring nº 31 BL 42).

— Tubos de sifón de vidrio, en forma de U. Diámetro interno aproximado de 2 mm. afilado en un extremo.

— Trompa de vacío de agua.

— Cronómetro graduado al 1/5 segundo.

— Alambre delgada (140 mm x 0,5 mm).

— Termómetro 0-50ºC.

— Probetas graduadas de 25 y 100 cm³.

— Centrífuga: con soportes oscilantes para colocar tubos de centrífuga cónicos. La velocidad requerida varia con el diámetro del cabezal, considerándose como tal, la distancia entre la superficie interna de los fondos correspondientes a dos tubos opuestos, medida a través del centro de rotación del cabezal de la centrífuga cuando los soportes están en posición horizontal.

Diámetro cm	Velocidad de centrifugación rpm
26,4	1075
30,5	980
35,6	909
40,6	848
45,7	800
50,8	759
55,9	724
61,0	695

— Tubos de centrífuga de 50 cm³ cónicos, graduados como se indica a continuación:

de 0 a 1,0 cm³ en divisiones de 0,1 cm³

de 1,0 a 2,0 cm³ en divisiones de 0,2 cm³

de 2,0 a 10,0 cm³ en divisiones de 0,5 cm³

de 10,0 a 20,0 cm³ en dividendos de 1,0 cm³

La graduación de 50,0 cm³ debe estar como mínimo a 13 mm del borde superior del tubo.

Reactivos:

— Agua destilada.

— Alcohol octílico o laurato de dietilenglicol (antiespumante)

Procedimiento: Agregar 20 g de leche en polvo desengrasada o 26 g de leche en polvo entera (pasada al cg), a 200 cm³ de agua destilada a una temperatura de 25ºC en el recipiente de vidrio especial para el mezclado.

Agregar 3 gotas de antiespumante, colocar el recipiente en el agitador y mezclar exactamente 90 segundos a la velocidad nº 1 de la Waring (3.500 rpm). Dejar en reposo como mínimo 5 minutos y como máximo 15 minutos.

Mezclar con una cuchara durante 5 segundos y llenar inmediatamente los tubos de centrífuga con el líquido hasta la marca de 50 cm³

Centrifugar durante 5 minutos a la velocidad requerida.

Inmediatamente sifonar el líquido sobrenadante hasta la graduación a 5 cm³ por encima del nivel del sedimento, cuidando de no removerlo.

Agregar alrededor de 25 cm³ de agua destilada a 25ºC y agitar el tubo suavemente para dispersar el sedimento, si es necesario utilizar el alambre.

Llenar el tubo hasta la marca de 50 cm³ con agua destilada a 25ºC. Tapar el tubo e invertirlo (180º) varias veces para mezclar el contenido íntimamente.

Centrifugar nuevamente durante 5 minutos a la velocidad requerida.

Leer el volumen del sedimento, en cm³, sosteniendo el tubo verticalmente, con el nivel del sedimento a la altura de los ojos y frente a una fuente de luz intensa. Si el volumen del precipitado cae entre dos graduaciones, considerar la más próxima.

Si el depósito está inclinado, leer por interpolación.

Bibliografía:

— Standards for grades of dry milk including methods of analysis Chicago, Illinois, Bulletin 916 (Revised) 1971, pág. 26.

— Determination of Solubility Index. American Dry Milk Institute 1984.

13.39 — EXTRACCION DE LA MATERIA GRASA

(aplicable a leche fluida y leche en polvo reconstituida)

Principio:

Este método se basa en la coalescencia de la fase lipídica, por tratamiento con una solución de Tritón X-100, hexametafosfato de sodio, urea y 2-propanol (alcohol isopropílico) en agua.

La urea modifica la unión entre proteínas y lípidos; el 2-propanol y el hexametafosfato de sodio son sustancias antiemulsionantes, el Tritón X-100 es un agente tensioactivo que provoca la liberación de los glóbulos de grasa.

Materiales y equipos:

— Estufa

— Evaporador rotatorio o plancha calefactora

— Vasos de precipitados de 1 dm³

— Ampollas de decantación de 1 dm³

— Probeta de 100 cm³

— Erlenmeyers de 250 cm³

— Vasos de precipitados de 250 cm³

— Papel de filtro de velocidad de filtración media.

Reactivos:

— Solución de Tritón X-100 (polietilenglicol p-isooctilfenil éter PM — 646): disolver en 300 cm³ de agua destilada caliente 50 g de hexametafosfato de sodio p.a., 5 g de urea de p.a., 100 cm³ de 2-propanol p.a. y 24 cm³ de Tritón X-100. Diluir en 1000 cm³.

— Solución acuosa de 2-propanol p.a., al 10 % v/v.

— Solución acuosa de sulfato de sodio decahidrato p.a. al 15 % p/v.

— Eter dietílico p.a.

— Sulfato de sodio anhidro granular p.a.

Procedimiento:

Extracción:

Colocar partes iguales de muestra y de solución de Tritón X-100 previamente calentada en un vaso de precipitados. Llevar a estufa a una temperatura entre 90-100ºC (no sobrepasar este límite); agitar periódicamente. Cuando se observe una perfecta separación de la fase grasa retirar el vaso de la estufa, sifonar la capa acuosa y descartarla. Trasvasar la grasa a una ampolla de decantación y proceder a su purificación.

Purificación:

Disolver la grasa con 100 cm³ de éter dietílico. Lavar el éter dos veces con 50 cm³ de solución acuosa de 2-propanol al 10 % (en esta forma se evita la posible emulsión). A continuación lavar el éter otras dos veces con solución acuosa de sulfato de sodio al 15 % (ésta elimina el alcohol y ayuda a secar el éter). En todos los casos después de cada lavado se descarta la capa acuosa. Trasvasar la capa etérea a un erlenmeyer y agregar sulfato de sodio anhidrido granular en cantidad suficiente manteniéndolo en contacto con la solución etérea por lo menos 15 minutos hasta eliminar el agua residual. Filtrar por papel de filtro recogiendo en vaso de precipitados de 250 cm³ y evaporar el éter en evaporador rotatorio o plancha calefactora a baja temperatura y bajo campana.

Bibliografía:

— Informativo CITIL (Centro de Investigaciones Tecnológicas de la Industria Láctea) INTI, nº 33, marzo de 1983, pág. 5.

13.40 — DETENCION DE GRASAS VEGETALES EN GRASA DE LECHE POR CROMATOGRAFIA EN CAPA DELGADA DE LOS ESTEROLES

La presencia de sitoesteroles indica la incorporación de grasas vegetales a la grasa de leche.

Preparación de la muestra:

Aplicar el método 13,39 Extracción de la materia grasa o en su defecto proceder como sigue:

— Manteca: Fundir unos 50 g de la muestra de manteca en estufa por debajo de 50 °C hasta la separación de las fases acuosa y lipídica. Separar la capa de grasa por decantación y clarificarla filtrando por papel seco, dentro de estufa a 40 °C, evitando pasar la fase acuosa al filtro.

— Leche y crema: Centrifugar la muestra de modo de obtener una crema con alrededor del 40 % de materia grasa. Batir la crema. Reunir los trozos de manteca. Proceder como se indicó antes.

— Queso: Triturar la muestra en un mortero con sulfato de sodio anhidro hasta obtener una masa granulosa. Extraerla con pentano o éter de petróleo (se puede utilizar un aparato de extracción continua) y evaporar el solvente sobre baño de agua hirviente.

— Leche concentrada azucarada y no azucarada, crema helada: Agregar a la muestra dos veces su volumen de agua hirviente, calentar sobre baño de agua hirviente hasta que alcance los 75ºC. Agregar un volumen de la solución de sulfato de cobre equivalente a 1/10 del volumen de la mezcla y seguir el calentamiento hasta que el precipitado coagule. Filtrarlo y lavarlo hasta que el filtrado sea incoloro. Escurrir cuidadosamente el precipitado, mezclarlo con sulfato de sodio anhidro en un mortero y seguir como se indicó antes.

— Leche seca: mezclar la muestra en un mortero con un poco de agua de modo de obtener una masa granulosa. Dejar reposar durante 15 min. aproximadamente. Agregar enseguida sulfato de sodio anhidro, machacar hasta obtener una masa granulosa. Extraer esta masa como se indicó antes.

A. Separación de los esteroles a partir del insaponificable

Principio:

Se saponifica la muestra, se extrae la materia insaponificable a partir de la cual se aislan los esteroles por cromatografía en capa delgada y luego aplicando la misma técnica en fase invertida se detectan los sitosteroles.

Materiales y equipos:

— Placas de vidrio de 20 x 20 cm y 4 mm de espesor aproximadamente.

— Equipo extensor de placas para cromatografía en capa delgada.

— Cubas para cromatografía, de medidas aproximadas: 25 x 25 x 5 a 10 cm, con sus correspondientes tapas.

— Micropipetas o microjeringas de 10 ul de volumen y de las cuales se obtengan gotas de 0,3 µ l (mm³).

— Material habitual de laboratorio.

Reactivos:

— Eter dietílico (libre de peróxidos).

— Solución de hidróxido de potasio aprox. 0,5 N.

— Solución etanólica de fenolftaleína 10 g/dm³

— Solución clorofórmica de colesterol 100 g/dm³

— Solución de referencia: pesar 100 mg. de colesterol y 100 mg de B-sitosterol, disolver en una mezcla de 10 cm³ de éter de petróleo y 1 cm³ de etanol 96 % v/v; tomar una alícuota de 0,1 cm³ y diluir a 10 cm³ con éter de petróleo.

— Silicagel en polvo con ligante, de calidad adecuada para CCF.

— Mezcla de tierra de diatomeas con sulfato de calcio ($CaSO_4 \frac{1}{2} H_2O$) o Kieselgur G de Merk.

— Vaselina Nujol

— Solución acuosa de sulfato de cobre (II) pentahidrato 70 d/dm³

— Reveladores:

(1) solución acuosa de rodamina 6G o etanólica de 2'-7' diclorofluoresceina al 0,5 % g/dm³ p/v

(2) solución etanólica de ácido fosfomolíbdico al 10 % p/v recién preparada.

— Preparación de las cromatoplacas de silicagel con ligante.

Limpiar las placas de vidrio con etanol, éter de petróleo y acetona para eliminar cualquier remanente de grasa. Colocar 30 g de silicagel en un erlenmeyer de 250 cm³. Agregar 60 cm³ de agua destilada. Tapar y agitar vigorosamente durante 1 minuto. Inmediatamente volcar la suspensión dentro del extensor y obtener placas de 0,25 mm de espesor.

Sacar las placas durante 15 minutos en el aire y luego en estufa a 103 ± 2°C durante 1 hora.

Dejar enfriar las placas a temperatura ambiente en un desecador, antes de usar.

— Preparación de las cromatoplacas de tierra de diatomeas.

Observación: La atmósfera del ambiente en el cual se manipuleen las placas debe ser limpia.

Preparar una suspensión acuosa de una parte en peso de Kieselgur con dos partes en peso de agua un minuto antes de extender la capa que debe resultar de un espesor de 0,25 mm. Las placas de vidrio deben encontrarse perfectamente desengrasadas.

Activar la placa a 100 °C durante 30 min. Dejar enfriar a temperatura ambiente.

Perpendicularmente al sentido en el cual se ha extendido la placa trazar una marca sobre los costados de la capa para reconocer la base. Luego impregnarla por inmersión en una bandeja que contenga vaselina Nujol diluida al 5 % en éter de petróleo. Eliminar el exceso colocando la placa verticalmente 10 segundos. Dejar secar al aire 30 a 60 min. a 20-24°C en un lugar donde no haya corriente de aire.

Dibujar a 2 cm de la base de la placa los pentágonos indicados en la figura con ayuda de un puente de plástico en las hendiduras correspondientes, marcas en gris. Estas son las porciones de recubrimiento de la placa que deben ser eliminadas por raspado. Conviene separar los puentes entre sí por líneas a lo largo de la placa, pues la separación de los esteroles mejora (Fig. 1). Activar a 100 °C durante 25 minutos.

— Solventes de desarrollo:

(I) Cloroformo

(II) Acido acético y acetonitrilo

Mezclar 100 cm³ de ácido acético glacial (99,6 %) y 300 cm³ de acetonitrilo. Saturar con vaselina en una ampolla de decantación. Dejar separar las capas 16 horas a 22-23 C. Colocar en la cuba un volumen medido del solvente y agregar agua destilada en una proporción del 1 % v/v. Dejar saturar durante 24 horas.

Las mezclas de solventes que hayan sido utilizadas para separaciones cromatográficas deben ser eliminadas.

— Preparación de las cubas cromatográficas:

Introducir en la cuba suficiente cantidad del solvente o de la mezcla de solventes como para formar una capa de 1 cm de altura. Recubrir las paredes internas del recipiente con papel de filtro. Dejar estabilizar a 22-23°C durante 24 horas.

Separación del insaponificable:

Pesar 5 ± 0,01 g de la muestra bien homogeneizada en un erlenmeyer de 250 cm³. Agregar 50 cm³ de solución de hidróxido de potasio y algunos trozos de material poroso. Unir el condensador a reflujo y hervir suavemente durante 1 hora.

Dejar calentar. Agregar 100 cm³ de agua destilada por la parte superior del condensador y agitar. Enfriar. Pasar la solución a una ampolla de decantación. Lavar el erlenmeyer varias veces con éter dietílico (100 cm³ en total) y pasarlo a la ampolla. Tapar y agitar vigorosamente durante 1 min. aproximadamente, evitando la sobrepresión interior (invertir la ampolla y abrir la llave periódicamente).

Dejar en reposo hasta separación completa de las dos fases. Luego pasar la solución de jabón a una segunda ampolla. Extraer la solución acuosa etanólica de jabón dos veces más con 100 cm³ de éter dietílico cada vez. Reunir los tres extractos etéreos en una ampolla que contenga 40 cm³ de agua. Rotar suavemente la ampolla. Una agitación violenta podría producir una emulsión. Dejar separar las capas y eliminar la capa acuosa inferior. Lavar la solución etérea dos veces con 40 cm³ de agua cada vez. Agitar vigorosamente y descartar la capa acuosa inferior en cada ocasión. Girar la ampolla sobre su eje y esperar unos minutos para completar la eliminación del agua. Lavar la solución etérea sucesivamente con 40 cm³ de solución acuosa de hidróxido de potasio, 40 cm³ de agua y de nuevo con 40 cm³ de la solución de hidróxido de potasio, luego por lo menos dos veces con 40 cm³ de agua. Continuar los lavados hasta que el agua no de más color rosado con el agregado de una gota de solución de fenolftaleína. Transferir la solución etérea e un erlenmeyer tarado al 0,1 mg. Evaporar el solvente por destilación sobre baño de agua. Agregar 5 cm³ de acetona y eliminar completamente el solvente volátil en una corriente de aire suave manteniendo el recipiente oblicuo y rotándolo dentro de un baño de agua de 40°C.

Secar el residuo en una estufa bajo vacío parcial y a 50 °C como máximo.

Separación de la fracción de esteroles:

Pasar el insaponificable y disolverlo en 10 veces su peso de cloroformo (de 0,5 a 1 cm³). Con micropipeta o microjeringa sembrar en banda 50 ó 60 mm³ a 2 cm del borde inferior de la placa de silicagel y a 2,5 cm de cada uno de sus bordes laterales.

Aplicar 0,3 a 0,4 mm³ de la solución de colesterol a 1 cm de cada uno de los bordes de la placa y en la misma línea de siembra utilizada.

Introducir inmediatamente la placa en la cuba (I) con cloroformo y dejarla desarrollar hasta 1 cm de su borde superior. Sacarla y dejar evaporar el solvente al aire.

Pulverizar la porción de la placa correspondiente a la corrida del colesterol con rodamina y examinarla bajo la luz UV. Identificar la posición correspondiente a la fracción de esteroles, marcarla con una aguja, raspar con espátula y pasar la silicagel a un erlenmeyer, agregar 5 cm³ de cloroformo o éter dietílico, colocar un condensador a reflujo y hervir suavemente sobre baño de agua, 15 minutos. Enfriar y filtrar a través de un papel de filtro plegado, recogiendo en un erlenmeyer de 25 cm³. Volver la silicagel al erlenmeyer inicial y repetir tres veces el tratamiento. Evaporar el solvente en una corriente suave de nitrógeno. Disolver el residuo en 0,5 cm³ de benceno.

Cromatografía:

Utilizar una placa de Kieselgur impregnada con Nujol y activada. Sembrar 10 mm³ de la solución de la mezcla de patrones en el primer puente, en el siguiente 20 mm³ de la solución obtenida y así seguir sembrando alternadamente mezcla de patrones y muestras, en los puentes restantes. Introducir en la cuba (II) y dejar correr el frente del solvente hasta 16 cm del punto de siembra. Retirar la placa de la cuba, dejar 2 a 3 horas al aire, calentar unos minutos a 100°C en estufa. Revelar con la solución de ácido fosfomolíbdico y calentar en estufa a 100°C hasta óptimo desarrollo. Aparecen manchas azules sobre fondo amarillo. En la mezcla de patrones la mancha con mayor Rf corresponde al colesterol. Se pueden detectar 2 ug de esterol.

Observaciones:

— Puede mejorarse la separación corriendo dos veces la placa. Antes de la segunda corrida volver a activar la placa a 100 °C cinco minutos y dejar enfriar.

— Después del revelado, el fondo de la placa debe ser amarillo, un tono verdoso puede indicar interferencia de vapores extraños.

— Se podrían utilizar placas de silicagel para efectuar esta identificación siempre que la impregnación con Nujol fuese perfecta.

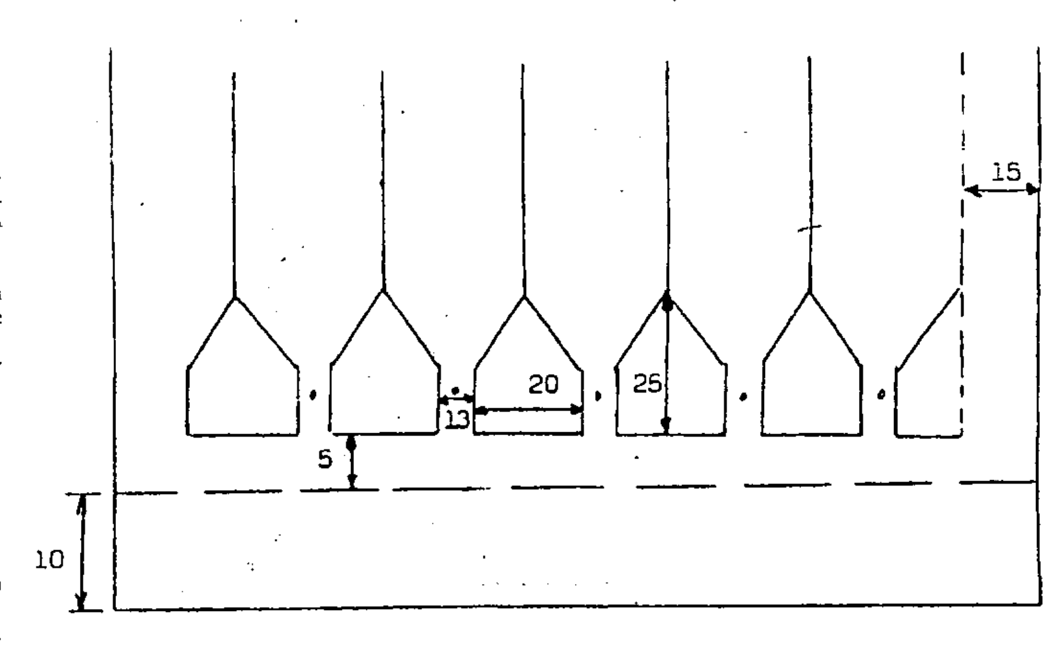


Fig. 1 Las medidas están dadas en milímetros

B. Separación de los esteroles por cromatografía en columna con digitonina

Principio:

A partir de la materia grasa se separan los esteroles libres que son retenidos como digitónidos sobre columna, eluidos con dimetilsulfóxido y extraídos de este solvente con éter de petróleo y benceno. Una vez concentrados, se siembran sobre placa, se aplica cromatografía en fase invertida y se revelan.

Materiales y equipos:

— Los indicados en el método A

— Columna de 2 cm de diámetro y 12 cm de altura.

Reactivos:

— Solución de referencia: La utilizada en el método A

— Solvente de desarrollo:

(II) Acido acético y acetonitrilo (1 + 3)

Preparar como está indicado en el método A.

— Revelador: La solución (2) del método A.

— Sulfato de sodio anhidro p.a.

— Kieselgur G

— Vaselina Nujol

— Digitonina para uso de laboratorio

— Celite 545

— Dimetilsulfóxido p.a.

— Benceno p.a.

— Eter de petróleo

Preparación de la columna:

Suspender, calentando, 300 mg de digitonina en 5 cm³ de agua y mezclar en mortero durante 15 minutos con 10 g de Celite 545. Transferir 3 g de esta mezcla a la columna y compactar con varilla de vidrio. Saturar la columna con 5 cm³ de éter de petróleo y dejar escurrir hasta eliminar el exceso remanente por encima del material compactado.

Preparación de la cromatoplaca de Kieselgur:

Ver método A.

Procedimiento:

Preparación de la muestra:

Disolver en un vaso de precipitados 900 mg de grasa en 3 cm³ de éter de petróleo, verter sobre la columna y dejar que penetre en el relleno. Lavar dos veces el vaso de precipitados y la columna, con 2 cm³ de éter de petróleo. Dejar escurrir y continuar los lavados con cinco porciones de 2 cm³ de benceno cada vez. Descartar los eluidos y eliminar cualquier traza de grasa que quedara en la parte exterior del extremo inferior de la columna, con benceno. Eluir los esteroles con 10 cm³ de dimetilsulfóxido y recogerlos en una ampolla con llave de teflón. Añadir 3 cm³ de éter de petróleo y agitar. Transferir la capa superior, que contiene los esteroles, a una segunda ampolla con llave de teflón. Repetir la extracción de la capa de dimetilsulfóxido con dos porciones, de 4 cm³ cada una, de una mezcla de éter de petróleo y benceno (1 + 1). Reunir las capas superiores en la segunda ampolla. Lavar los extractos con 3 cm³ de agua, eliminar esta última y pasar por una pequeña columna que contenga sulfato de sodio anhidro. Recoger en un vaso de precipitados de 30 cm³. Dejar evaporar a temperatura ambiente. Disolver el residuo en 0,5 cm³ de benceno. Pasar a un pequeño tubo de ensayos con tapa.

Cromatografía:

Sembrar 10 mm³ (µl) de la mezcla de patrones en el primer puente. En el siguiente sembrar 20 mm³ (µl) de la muestra y así continuar sembrando alternadamente solución de referencia y muestras, en los puentes restantes. Introducir en la cuba y dejar correr el frente del solvente hasta 16 cm del punto de siembra. Retirar la placa de la cuba, dejar 2 a 3 horas al aire, calentar unos minutos a 100°C en estufa. Revelar con la solución de ácido fosfomolíbdico y calentar en estufa a 100°C hasta óptimo desarrollo. Aparecen manchas azules sobre fondo amarillo. La de mayor Rf corresponde al colesterol (en el patrón).

Observación:

En caso de duda aplicar el método A en el cual se determinan los esteroles totales. Debe tenerse en cuenta que los esteroles libres disminuyen durante la refinación alcalina, desodorización y winterización de los aceites. En tal caso el -sitosterol libre deja de ser un índice para establecer la adulteración de la grasa de leche.

Bibliografía:

— Standard methods for the analysis of oils, fats and derivatives Ed. 6ª (IUPAC) pág. 118 Determinación de la materia insaponificable.

— Idem pág. 128 Separación de la fracción de esteroles.

— FIL - IDF 32:1965

— E.M. Kesten y M.P. Belfiore. Detección de aceites vegetales en grasa de productos lácteos (CISA - INTI) 1971

realizado con metanol y éter dietílico. Antes de utilizarla debe neutralizarse a la fenolftaleína.

— Solución estandar de hidróxido de potasio 0,1 N en metanol o etanol absoluto. Estandarizar la solución frecuentemente contra ftalato ácido de potasio estandar u otro estandar adecuado.

— Solución de indicador: disolver 1 g de fenolftaleína en 100 cm³ de etanol al 96 % v/v o en etanol desnaturalizado con metanol.

Procedimiento:

Preparación de la muestra. Para separar la materia grasa, fundir la muestra, dejar a 50-60°C durante 2 a 3 horas, decantar y filtrar sobre un papel de filtro seco dentro de un estufa a 60 °C, repetir la operación si el filtrado no es límpido. Utilizar la materia grasa fundida, límpida, bien homogeneizada.

Determinación. En el erlenmeyer pesar 5 a 10 g de materia grasa con aproximación del miligramo.

Agregar 50 a 100 cm³ del solvente y disolver la materia grasa.

Agregar 0,1 cm³ de solución de indicador. Titular con la solución alcalina hasta viraje del indicador a rosa pálido que persista durante un mínimo de 10 segundos.

Cálculo:

$$\text{Indice de ácido} = \frac{v \times N \times 56,1}{p}$$

13.41 — DETERMINACION DE LA RANCIDEZ HIDROLITICA EN MANTECA

Definición:

El olor y sabor característico de la manteca aumentan con la rancidez hidrolítica desarrollada por lipólisis de la grasa. Una medida de esta lipólisis está dada por el Indice de acidez expresado en mg de hidróxido de potasio necesarios para neutralizar 1 g de materia grasa.

Principio:

Después de la separación por fusión de la manteca, la materia grasa se disuelve en una mezcla de alcohol etílico y éter dietílico y a continuación se titula con una solución estandar alcalina diluida

Materiales y equipos:

— Erlenmeyer de 300 cm³
— Bureta graduada al 0,1 cm³
— Pipeta graduada de 1 cm³
— Probeta de 100 cm³

Reactivos:

— Solvente. Mezcla (1 ± 1) de etanol 95-96 % (v/v) o etanol desnatu donde:
v= Volumen de la solución alcalina utilizada, en centímetros cúbicos.
N= Normalidad de la solución alcalina.
p= Peso de la muestra, en gramos.

Repetibilidad:

La diferencia entre los resultados de dos determinaciones paralelas (obtenidos simultáneamente o rápidamente uno tras el otro por el mismo analista) no debe exceder de 0,1 mg de hidróxido de potasio por gramo de materia grasa.

Interpretación:

Expresados los resultados como Indice de acidez (mg de hidróxido de potasio requeridos para neutralizar 1 g de grasa) se consideran los siguientes valores como:

normal	< 0,2
límite (indefinido) de	0,4 a 0,6
ligera rancidez	0,7
no satisfactorio	0,8

Bibliografía:

— Norma FIL — IDF 6 A: 1969
— Official Methods of Análysis of the AOAC Ed. 12ª - 1975

Párrafo 16. 193 a 16. 195

11 — ACEITES Y GRASAS

11.19. B — DETECCION DE ANTIOXIDANTES

Galatos de n-propilo, n-butilo, n-octilo y n-dodecilo, butilhidroxianisol, butilhidroxitolueno y terbutilhidroquinona.

Principio:

Los antioxidantes se extraen de los aceites por medio de metanol 95 % en frío y de las grasas por calentamiento a reflujo con etanol 96 % y posterior enfriamiento con baño de hielo. Las fases alcohólicas límpidas se concentran al vacío y a continuación los antioxidantes se separan e identifican por cromatografía en capa delgada.

Materiales y equipos:

— Tubos para centrífuga de 50 cm³ con tapa
— Matraces aforados de 10 cm³
— Centrífuga
— Balones de 125 cm³ que se adapten al evaporador rotatorio y a un refrigerante para reflujo
— Evaporador rotatorio
— Refrigerante para reflujo
— Baño de agua
— Papel de filtro S&S 589², banda blanca o similar
— Embudo de vidrio
— Cuba de desarrollo para cromatografía en capa delgada, de vidrio, con tapa, adecuada para placas cromatográficas de 20 cm x 20 cm. Las paredes deben ser forradas con papel de filtro previamente al desarrollo.

— Placas de vidrio para cromatrografía en capa delgada de 20 cm x 20 cm.
— Extensor para preparación de las placas para cromatografía en capa delgada
— Jeringa de 10 mm³, graduada al 0,05 mm³
— Estufa eléctrica regulable a 60º C - 2º C y a 103º C - 2º C
— Desecador para conservar las placas cromatográficas
— Cuba con tapa, adecuada para el revelado de placas de 20 cm x 20 cm.
— Baño de hielo
— Erlenmeyer de 250 cm³

Reactivos:

— Agua destilada
— Metanol p. a.
— Solución acuosa de metanol al 95 % (v/v)
— Etanol 96 % (v/v) c de 96º
— Ciclohexano p. a.
— Dioxano p. a.
— Acido acético p. a.
— Benceno p. a.
— Acetona p. a.
— Solventes de desarrollo

Preparar en el momento de su empleo una mezcla de benceno y ácido acético 75 ± 25 en volumen.
Preparar en el momento de su empleo una mezcla de ciclohexano, dioxano y ácido acético 80 ± 15 ± 15 en volumen.
Preparar en el momento de su empleo una mezcla de metanol, acetona y agua 60 ±20 ± 20 en volumen.
— Soluciones de referencia: soluciones etanólicas de 5 mg/cm³ de galato de n-propilo, galato de n-butilo, galato de n-octilo, galato de n-dodecilo, butilhidroxitolueno butilhidroxianisol y terbutilhidroquinona: disolver, en etanol de 96º 50 mg de cada uno de los antioxidantes antes mencionados, en matraces aforados de 10 cm³ y diluir hasta completar el volumen con el mismo solvente.
— Silicagel G (tipo 60) Merck
— Cromatofolios de silicagel 60 (sin indicador) Merck MN-poliamida-DD 11 para cromatografía en capa fina, Mackery, Nagel & Co.
— Cromatofolios de poliamida 11 Merck
— Acido fosfomolíbdico p. a.
— 2,6 dicloroquinonclorimida p. a.
— 2,6 dibromoquinonclorimida p. a.
— Reveladores
Solución de ácido fosfomolíbdico al 10 % en etanol: disolver 2,5 g de ácido fosfomolíbdico en 25 cm³ de etanol 96º.
Solución de 2,6 dicloroquinonclorimida al 0,1 % en etanol 96º: disolver 25 mg de 2,6 dicloroquinonclorimida en 25 cm³ de etanol 96º.
Solución de 2,6 dibromoquinonclorimida al 0,1 % en etanol: disolver 25 mg de 2,6 dibromoquinonclorimida en 25 cm³ de etanol 96º.
Preparación de las placas para cromatografía en capa fina
— Placas de silicagel G.: Lavar placas de vidrios con detergente. Enjuagarlas con agua destilada y dejarlas secar. Antes de utilizar limpiarlas con etanol para eliminar las sustancias grasas que pudieran haber quedado adheridas.
Colocar en un erlenmeyer de 250 cm³, 30 g de silicagel con ligante para cromatografía en capa fina y 60 cm³ de agua destilada. Agitar durante 1 minuto y de inmediato extender una capa de 0,30 mm de espesor, sobre las placas de vidrio. Dejar secar durante 15 minutos al aire, luego activar en estufa a 103º C - 2º C durante 30 minutos. Dejar enfriar las placas a temperatura ambiente en desecador. Antes de usar volver a activarlas en estufa durante 1 hora a 60º C.
— Placas de poliamida: Efectuar la limpieza de las placas de vidrio como se indicó antes.
Colocar en un erlenmeyer de 250 cm³, 20 g de poliamida para cromatografía en capa fina y 50 cm³ de metanol. Agitar hasta homogeneizar. Introducir a continuación la suspensión en el extensor y obtener un capa de 0,25 mm de espesor sobre las placas de vidrio. Dejar 30 minutos a temperatura ambiente. Activar 30 minutos a 70º C y luego ubicarlas en desecador.

Procedimiento:

Extracción de los antioxidantes.

Extracción de los galatos de n-propilo, n-butilo, n-octilo, n-dodecilo, bùtilhidroxianisol, butilhidroxitolueno y terbutilhidroquinona, de aceite. En un tubo de 50 cm³ poner 10 g de aceite, agregar 25 cm³ de metanol 95 %, agitar vigorosamente durante 10 minutos, centrifugar 15 minutos a 3000 r. p. m., decantar la capa de alcohol, en un balón de 125 cm³, efectuar una nueva extracción procediendo en la misma forma. Decantar la capa alcohólica reuniéndola con la anterior.

Concentrar las fases metanólicas al vacío en evaporador rotatorio y a una temperatura igual o menor que 45 ° C, hasta un volumen aproximado de 0,5 cm³. Tomar este residuo con etanol 96° y diluir a 1 cm³.

Extracción de los galatos de n-propilo, n-butilo, n-octilo, n-dodecilo, butilhidroxianisol, butilhidroxitolueno y terbutilhidroquinona, de grasa. Pesar 10 g de grasa en un balón de 125 cm³, agregar 60 cm³ de etanol 96° y calentar a reflujo en baño de agua hirviente durante 45 minutos. Enfriar en congelador o baño de hielo, aprox. 15 minutos, hasta que se forme la fase sólida grasa. Filtrar a través de papel de filtro (de velocidad de filtración media), recoger la fase alcohólica en un balón de 125 cm³ y concentrar al vacío en evaporador rotatorio a una temperatura igual o menor que 45° C, hasta un volumen aproximado de 0,5 cm³. Tomar este residuo con etanol 96° y diluir a 1 cm³.

— Identificación por cromatografía en capa delgada. Colocar en la cuba de desarrollo, la cantidad necesaria de solvente, para lograr una capa de 1 cm de altura. Forrar la cuba. Tapar. Mantener la cuba en la oscuridad, a temperatura ambiente durante una o dos horas a fin de permitir la saturación con el vapor del solvente.

Activar una placa preparada, colocándola una hora en la estufa a 60° C ± 2° C o usar un cromatofolio sin activar. Sembrar con jeringa, sobre una línea de partida de la placa situada a 2 cm de la base, 8 µl de cualquiera de los extractos obtenidos y 2 µl de las soluciones de referencia, en puntos situados a una distancia de 2 cm entre sí, cuidando que el diámetro de la mancha sembrada sea lo menor posible (no mayor de 3 mm).

Trazar a 15 cm de la línea de partida una línea paralela, colocar la placa en la cuba y desarrollar en la oscuridad hasta que el frente de solvente alcance la línea trazada.

Retirar la placa y dejar secar al aire.

Pulverizar la placa si es de silicagel con aproximadamente 15 cm³ de la solución de ácido fosfomolíbdico o bien de la solución de dicloroquinonclorimida. Si la placa es de poliamida, con la solución de dicloroquinonclorimida o de dibromoquinonclorimida. Colocar la placa en la estufa a 103 ± 2°C durante 10 a 15 minutos, retirarla, dejarla enfriar a temperatura ambiente y colocarla en la cuba de revelado saturada con vapor de amoníaco durante aproximadamente 30 segundos hasta observar las manchas con un contraste adecuado. Comparar los Rf de las manchas obtenidas a partir de los extractos con los Rf de las manchas correspondientes a los antioxidantes de referencia.

Los Rf y los colores son aproximadamente los indicados en la tabla siguiente, Pueden ser utilizados como guia.

	SOLVENTES DE DESARROLLO								
	Rf	ciclohexano/dioxano/acético 60 15 5 placa silicagel		Rf	benceno/ácido acético 75 25 placa silicagel		Rf	metanol/acetona/agua 60 20 20 placa poliamida	
		Revelador			Revelador			Revelador	
		Acido fosfomolíbdico	2-6 dicloroquinonclorimida		Acido fosfomolíbdico	2-6 dicloroquinonclorimida		2-6 dicloroquinonclorimida	2-6 dibromoquinonclorimida
galato de n-propilo	0,03	azul-verdoso	pardo	0,16	azul-verdoso	pardo	0,50	pardo	pardo
galato de n-butilo	0,46	azul-verdoso	pardo	0,20	azul-verdoso	pardo	0,43	pardo	pardo
galato de n-octilo	0,07	azul-verdoso	pardo	0,25	azul-verdoso	pardo	0,25	pardo	pardo
galato de n-dodecilo	0,08	azul-verdoso	pardo	0,30	azul-verdoso	pardo	0,12	pardo	pardo
butilhidroxianisol	0,33	azul-verdoso	celeste-violáceo	0,66	azul-verdoso	celeste-violáceo	0,46	azul-celeste	azul-celeste
butilhidroxitolueno	0,70	azul-verdoso	violáceo-pardo	0,88	azul-verdoso	pardo-amarillento	0,35	amarillo	amarillo
terbutilhidroquinona	0,11	azul-verdoso	rosado-pardo	0,44	azul-verdoso	rosado-pardo	0,46	violáceo	pardo claro

— DETERMINACION SEMICUANTITATIVA DE LOS GALATOS Y BHA

Acondicionar cuba y placa cromatográficas como se indicó antes.

Sembrar con jeringa sobre la línea de partida de la placa, situada a 2 cm de la base, 8 µl de cualquiera de los extractos ya identificados que se desee cuantificar y 1,6 µl (equivalente a 100 p. p. m. de los antioxidante) y 3,2 µl (equivalente a 200 p. p. m. de los antioxidantes) de las soluciones de referencia en puntos situados a una distancia de 2 cm entre sí, cuidando que los diámetros de las manchas sembradas sean uniformes y lo menor posible (no mayor de 3 mm).

Proseguir en la forma ya descripta.

La estimación semicuantitativa de los galatos se hace muy bien en las placas desarrolladas con benceno±ácido acético (Ver valores de Rf en la tabla) y del BHA, en las placas desarrolladas con ciclohexano-dioxano±ácido acético.

BIBLIOGRAFIA

— Revista INFyB, Vol 5 Nº 13, Octubre 1982, Método de detección por cromatografía en capa delgada de antioxidantes en grasas y aceites. Lic. M. E. Diez y Dra. L. E. Nagel

— J. Assoc. Off. Anal. Chem (Vol. 54 Nº 6, 1981) ± Systematic indentification of Antioxidantes in Lards, Shortenings and Vegetable oils by thin layer chromatography ±) Carlos H. Van Piteghem and Diana A. Dekeyser.

— Ann Pharmaceutiques Francaises - 1982, 40, Nº 4, p. p. 301-309 - Identification de molécules antioxydantes par manochromatographes sur couche mince. J. A. Alary, G. Grosset et A. Cocur.

11 ACEITES Y GRASAS

11.3 — DETERMINACION DE LA ACIDEZ

Definiciones:

Acidez: es el contenido de ácidos grasos libres de una sustancia grasa, expresado como gramos de ácido oleico, en 100 gramos de dicha sustancia.

Indice de ácidez: Es el número de miligramos de hidróxido de potasio necesario para neutralizar, en las condiciones del ensayo, los acidos grasos libres de 1 gramo de sustancia grasa.

Principio:

El método consiste en neutralizar los ácidos grasos libres de la muestra, disuelta en un solvente apropiado con solución alcalina valorada.

Materiales y equipos:

— Balanza analítica
— Baño de agua
— Erlenmeyer de 250 cm³
— Probeta de 100 cm³
— Bureta de capacidad adecuada, graduada al 0,1 cm³

Reactivos:

— Solución al 1 % p/v de fenolftaleina en etanol 95 % v/v
— Solución al 1 % p/v de azul alcalino 6B (CI 42750) en etanol 95 % v/v.
— Mezcla de etanol-éter dietílico (1 ± 2) neutralizada inmediatamente antes de su uso: Mezclar una parte de etanol 95 % v/v con dos partes de éter dietílico, en volumen. Colocar 100 cm³ de la mezcla en un erlenmeyer y agregar 10 gotas del indicador (solución de fenolftaleina o solución de azul alcalino 6 B). Neutralizar gota a gota con la solución de hidróxido de sodio agitando vigorosamente, hasta que aparezca una coloración rosada que persista durante 30 segundos.
— Mezcla de etanol-benceno (1± 1) neutralizada inmediatamente antes de su uso: Mezclar una parte de etanol 95 % v/v con una parte de benceno, en volumen y neutralizar como se indica para la mezcla de etanol-éter dietílico.

Preparación de la muestra:

Homogeneizar la muestra por agitación. Si no está completamente liquida a la temperatura ambiente, calentar en baño de agua apenas lo necesario para que pueda homogeneizarse por agitación.

Procedimiento:

En un erlenmeyer pesar, al miligramo, una cantidad adecuada de muestra, variable según su acidez, de acuerdo con la siguiente tabla:

Acidez, expresada como ácido oleico % en masa	Peso de muestra g
1,0	30
2,0	10
4,0	7
6,0	5
8,0	4
10,0	3
15,0	2
20,0	1,5
25,0 y más	1,0

Agregar 100 cm³ de una de las mezclas de solventes ya neutralizada. Si la muestra es de color claro utilizar la mezcla que contiene fenolftaleina. Si la muestra es de color oscuro usar la mezcla que contiene azul alcalino 6 B.

Agitar hasta disolución. Si es necesario calentar lo indispensable y con precaución, sobre baño de agua, bajo campana. Dejar enfriar. Valorar con la solución de hidróxido de sodio hasta que aparezca una coloración rosada que persista durante 30 segundos.

Cálculo:

$$A = \frac{V \times N \times 28,2}{P} \qquad I = \frac{V \times N \times 56,1}{P}$$

donde:

A = Acidez en gramos de ácido oleico por 100 gramos de muestra
I = Indice de acidez en miligramos de hidróxido de potasio por gramo de muestra
V = Volumen de la solución de hidróxido de sodio empleado, en centímetros cúbicos.
N = Normalidad exacta de la solución de hidróxido de sodio.
P = Peso de la muestra en gramos

Repetibilidad:

La diferencia máxima admitida entre los valores obtenidos y su promedio se calcula con la siguiente fórmula:

$$y = 0,05\,x + 0,01$$

donde:

x = es el valor promedio de la acidez expresado en gramos de ácido oleico por 100 g de muestra
y = es la diferencia máxima admitida entre el promedio y cada uno de los valores de la acidez hallados por duplicado y expresados como antes se indicó.

Expresión de los resultados:

Expresar los valores obtenidos con dos cifras decimales y promediarlos.

Si los valores obtenidos por duplicado no difieren de su promedio en más del valor absoluto calculado con la fórmula establecida, informar dicho promedio con dos cifras decimales. En caso contrario, repetir la determinación por duplicado.

NOTA:

Si la muestra es una grasa conviene utilizar como solvente la mezcla etanol-benceno (1 + 1)

BIBLIOGRAFIA:

— Norma IRAM 5 512/74

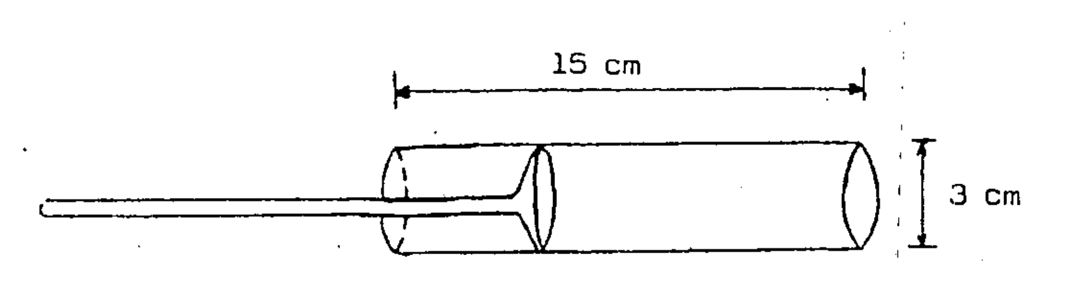
— ENSAYO DE RETENCION DE GERMENES EN JABONES

Objeto:

Establecer la disminución del número de microorganismos viables en la piel del usuario, estimando su número antes y después del uso del jabón, por impresión en un medio nutritivo sólido.

Equipos y materiales:

— Autoclave
— Estufa a 35 °C
— Placas de Petri estériles
— Tubo de vidrio o plástico esterilizable por vapor de agua a presión (diámetro interno aproximado: 3 cm) y émbolo del mismo material que deslice en su interior según esquema:



— Opción: en el mercado existen placas estériles para control microbiológico de superficies: Bellows
— Vasos de precipitados de boca ancha de 2L
— Tubos de ensayo de 16 x 160 mm
— Pipetas estériles de 1 y 10 ml

Medios y reactivos:

— Cultivo de 24 horas de un microorganismo pigmentado, por ejemplo Micrococcus luteus ATTC 9341
— Agar para recuento en placa (PCA)
— Tubo con el Agar salchicha. Obtención: Llenar el tubo, colocado verticalmente, con el agar líquido manteniendo el émbolo en su posición más baja. Previamente depositar un papel de filtro estéril y una capa delgada de parafina estéril fundida, que se dejará solidificar, sobre la parte interna del émbolo para asegurar el cierre. (El papel debe ajustar perfectamente en el interior del tubo).
— Agua peptonada 1 ‰ (1 litro)
— Tubos con 9 ml de Agua peptonada 1 ‰

Procedimiento:

1.— Se practica una dilución tal del cultivo de 24 h del microorganismo elegido (por ej. 10^{-4}), que permita asegurar un contenido aproximado de 10^3 bacterias por mililitro obteniéndose así la SUSPENSION A.

2.— Se requieren 2 operadores que antes del ensayo deben enjabonarse prolijamente las manos, con un jabón sin agentes inhibidores del crecimiento bacteriano, enjuagarlas muy bien y secarlas con una toalla estéril.

Se debe estandardizar el lavado de las manos.

3.— Se sumerge la mano del primer operador en la SUSPENSION A durante un minuto.

4.— Inmediatamente después de retirar la mano de la SUSPENSION se impresionan el dorso y la palma con la superficie plana del agar salchicha renovada cada vez al cortar rodajas de aproximadamente 5 mm de espesor que se colocan en las placas estériles.

5.— Seguidamente este operador se lava las manos con el jabón a ensayar en la forma ya estandarizada y se impresionan nuevamente el dorso y la palma de la mano como se indicó en 4.

6.— Por otra parte se impresionan el dorso y la palma de la mano del segundo operador con el agar salchicha. Procediendo como se indicó en 4.

7.— El segundo operador procede a lavarse las manos en la forma ya estandardizada con el mismo jabón que usó el primer operador.

8.— Seguidamente se impresionan el dorso y la palma de la mano del segundo operador. Proceder como se indicó en 4.

9.— Los medios impresionados se incuban 24 horas a 35 °C y al cabo de este período se procede al recuento de ufc/cm² (se mide el diámetro del agar salchicha para calcular su superficie).

10.— Se efectúa el siguiente cálculo:

PODER DE RETENCION PORCENTUAL =

$$= \frac{\text{Variación en el recuento de ufc/cm}^2\text{ de la mano del 2º operador}}{\text{Recuento de ufc/cm}^2\text{ en la mano contaminada del 1º operador}} \times 100$$

que se obtiene en la siguiente forma:

$$\frac{\text{Recuento obtenido en 8 - Recuento obtenido en 6}}{\text{Recuento obtenido en 4}}$$

NOTA:

Estandarización del lavado de manos.

Podría consistir en enjabonar ambas palmas previamente mojadas. Restregarlas entre sí 10 veces y luego pasar la palma de una mano sobre el dorso de la otra el mismo número de veces. Repetir el procedimiento intercambiando la palma de una de las manos por el dorso de la otra. Enjuagar ambas manos bajo un adecuado chorro de agua durante 3 s, sin restregarlas entre sí.

Bibliografía:

— Microbiological sampling of surfaces, Favero, M.S. et al (1968) J.appl. Bact 31,336 — 343

— Angelotti, R. y Foter, M.J. (1958) A direct surface agar plate laboratory method for quantitativel y detecting bacterial contamination on non-porous surfaces, Fd. Res. 23, 170.

Art. 2º — Regístrese, comuníquese, publíquese; dése a la Dirección Nacional del Registro Oficial y archívese.— Ricardo A. Barrios Arrechea.

— FE DE ERRATAS —

MINISTERIO DE ECONOMIA

SECRETARIA DE HACIENDA

ADMINISTRACION NACIONAL DE ADUANAS

Resolución Nº 385/89

En la edición del 6 de marzo de 1989, donde se publicó la citada Resolución, se deslizó el siguiente error de imprenta:

En el Anexo IV

DONDE DICE:

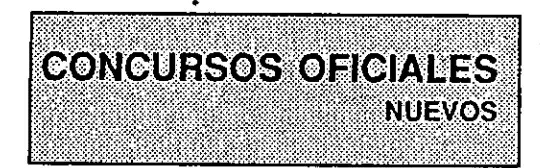
Mercado Oficial de Cambios

Mes/1989	Tipo de Cambio Comercial	Tipo de Cambio Especial	Tipo de Cambio	Mercado Libre de Cambios
		%	%	%

DEBE DECIR:

Mercado Oficial de Cambios

Mes/1989	Tipo de Cambio Comercial	Tipo de Cambio Especial	Mercado Libre de Cambios
	%	%	%

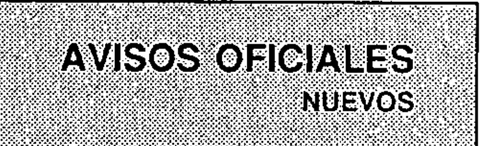


MINISTERIO DE ECONOMIA

CAMARA FEDERAL DE APELACIONES DE RESISTENCIA

Llámase a concurso abierto de antecedentes y oposición para cubrir un cargo de Secretario Penal, en el Juzgado Federal de Primera Instancia de Formosa. - Los interesados en concursar dicho cargo, deberán dirigirse a la sede de la Cámara, sita en Avda. 25 de Mayo 474 Resistencia -Chaco- de Lunes a Viernes de 8 a 12 hs.; o a la sede de dicho Juzgado: Mitre 839/41 - Formosa; a fin de recabar los requisitos y demás recaudos que se exigen, conforme a la Acordada Nº 541/88 de la Cámara Federal de Resistencia. - Los postulantes deberán inscribirse en la Prosecretaría de este Tribunal, en el plazo de diez días hábiles a partir de esta publicación. Fdo. Dr. DIOMEDES G. R. ROJAS - Presidente - Dra. NORMA DELIA DE PAOLI DE DIAZ - Prosecretaria.

e. 10/3 Nº 470 v. 10/3/89



SECRETARIA DE HACIENDA

DIRECCION GENERAL IMPOSITIVA

Resolución Nº 108/89

Bs. As., 3/3/89.

VISTO las necesidades funcionales, lo propuesto por la Dirección Coordinación de Operaciones Interior, la conformidad de la Subdirección General de Operaciones, lo establecido en el artículo 13 de la Convención Colectiva de Trabajo Nº 46/75 "E" y en ejercicio de las atribuciones que le confieren los artículos 5º y 6º de la Ley Nº 11.683 texto ordenado en 1978 y sus modificaciones,

EL SUBDIRECTOR GENERAL A CARGO
DE LA DIRECCION GENERAL IMPOSITIVA
RESUELVE:

Artículo 1º — Designar Jefe Interino del Distrito Quilmes al Contador Público Antonio Roberto DE ABREU (Legajo nº 26707/43).

Art. 2º — Regístrese, comuníquese, publíquese, dése a la DIRECCION NACIONAL DEL REGISTRO OFICIAL y archívese. — Cont. Púb. HORACIO DAVID CASABE, Sub - Director General, A/C Dirección General.

e. 10/3 Nº 471 v. 10/3/89

DIRECCION GENERAL IMPOSITIVA

Resolución Nº 110/89

Bs. As., 3/3/89.

VISTO la solicitud de relevo del cargo presentado por el Jefe Interino del Departamento Comodoro Rivadavia, señor Aldo Francisco SOBRE (Legajo nº 11829/33), atento a las necesidades funcionales, lo propuesto por la Dirección Coordinación de Operaciones Interior, la conformidad de la Subdirección General de Operaciones y en ejercicio de las atribuciones que le confieren los artículos 5º y 6º de la Ley Nº 11.683 texto ordenado en 1978 y sus modificaciones.

EL SUBDIRECTOR GENERAL A CARGO
DE LA DIRECCION GENERAL IMPOSITIVA
RESUELVE:

Artículo 1º — Dar por finalizadas a su pedido, las funciones de Jefe Interino del Departamento Comodoro Rivadavia, que le fueran asignadas al Señor Aldo Francisco SOBRE (Legajo nº 11829/33), por el artículo 1º de la Resolución Nº 738/88.

Art. 2º — Trasladar por razones funcionales al agente de que se trata al Distrito General Pico en calidad de asesor.

Art. 3º — Designar Jefe Interino del Departamento Comodoro Rivadavia al Contador Público Alejandro Juan MAGGIO (Legajo nº 25666/79), con retención del cargo de Jefe de División Fiscalización Externa del citado Departamento, que le fuera conferido por Disposición nº 6278/86 del 26 de febrero de 1986.

Art. 4º — Regístrese, comuníquese, publíquese, dése a la DIRECCION NACIONAL DEL REGISTRO OFICIAL y archívese. — Cont. Púb. HORACIO DAVID CASABE, Sub - Director General, A/C Dirección General.

e. 10/3 Nº 472 v. 10/3/89

SECRETARIA DEL INTERIOR

DEPARTAMENTO METROLOGIA LEGAL

Disposición Nº 8

Bs. As., 3/2/89.

VISTO la presentación en el Expediente Nº 112.854/88 de 12 fojas del Registro de la Secretaría de Comercio Interior, producida por la firma BITAR HNOS., inscripta en este Departamento bajo el Nº 3204 y atento al cumplimiento de la Resolución ex-S.C. Nº 198/84, según Informe Técnico,

EL JEFE DEL
DEPARTAMENTO METROLOGIA LEGAL
DISPONE:

1º — Autorizar la presentación a verificación primitiva del dispositivo medidor de carga funcionamiento no automático a equilibrio semiautomático, de industria Argentina, a fin de posibilitar su adecuación a la Resolución ex-S.E.C.Y.N.E.I. Nº 2307/80, de acuerdo a lo establecido en la Resolución S.C.I. Nº 17/85, con las siguientes características metrológicas:

Máx (kg)	=	3000	2000	1500	1000
Min (kg)	=	50	50	25	25
e=dd=dt (kg)	=	1	1	0,500	0,500
T (kg)	=	+ 250	+ 250	+ 125	+ 125
n:		3000	2000	3000	2000
Precisión:		III	III	III	III

2º — A los instrumentos adecuados se les aplicará una chapa de identificación, la que deberá llevar además de los datos establecidos en el Artículo 1º de la Resolución S.C.I. Nº 137/86, la leyenda "Instrumento adecuado por marca...(Resolución S.C.I. Nº 17/85)" debiendo respetarse los nombres y marcas originales del instrumento.

3º — El sello de verificación primitiva se colocará sobre el remache de sujeción de la chapa identificatoria, la que deberá cumplir en cuanto a su fijación con el punto C.7.1.2. de la Resolución ex-S.E.C.Y.N.E.I. Nº 2307/80.

4º — Asignar a los modelos presentados, el código de aprobación BE. 40-797 (A).

5º — Expedir copia de la presente Disposición para su publicación en el Boletín Oficial, en virtud de los establecido en la Resolución ex.S.C. Nº 198/84.

6º — Comuníquese, Publíquese y Archívese. — Arq. HORACIO HECTOR FEROS, A/C DEL DEPARTAMENTO METROLOGIA LEGAL DIRECCION NACIONAL DE LEALTAD COMERCIAL.

e. 10/3 Nº 42.716 v. 10/3/89

DEPARTAMENTO METROLOGIA LEGAL

Disposición Nº 13

Bs. As., 20/2/89

VISTO la presentación en el Expediente Nº 112.764/88, de 10 fojas, del Registro de la SECRETARIA DE COMERCIO INTERIOR, producida por la firma BITA HNOS, inscripta en este Departamento bajo el Nº 2304 y atento al cumplimiento de las Resoluciones ex-S.E.C.Y.N.E.I. Nº 2307/80 y ex-S.C. Nº 198/84, según informe técnico,

EL JEFE DEL
DEPARTAMENTO METROLOGIA LEGAL
DISPONE:

1º — Aprobar las variantes de las básculas de plataforma de funcionamiento no automático a equilibrio no automático, marca BITAR, de Industria Argentina, variantes que se detallan a continuación.

a) se reemplaza el dispositivo medidor de equilibrio no automático, por un kit de conversión de equilibrio automático de indicación discontinua modelo S.8504 aprobado por la firma PEREYRA Y SCIANCALEPORE por Expediente Nº 500351/86.

b) se modifican las dimensiones de los tubos soportes del dispositivo medidor, cuyas medidas se documentan en folios Nº 8 y Nº 9 del Expediente de referencia.

CARACTERISTICAS METROLOGICAS:

Máx	=	300 kg	500 kg	1000 kg	1500 kg	2000 kg	3000
Min	=	10 kg	10 kg	25 kg	25 kg	25 kg	50 kg
e=dd	=	200 g	200 g	500 g	500 g	500 g	1 kg
n	=	1500	2500	2000	3000	4000	3000
Clase		III	III	III	III	III	III

2º — El sello de verificación primitiva se colocará sobre la chapa de identificación, y si corresponde sobre el remache de fijación de la misma, la que deberá cumplir en cuanto a su fijación, con el punto C.7.1.2. de la Resolución ex-S.E.C.Y.N.E.I. Nº 2307/80.

3º — Asignar a las básculas de plataforma el código de aprobación de modelo BE. 70-799.

4º — Expedir copia de la presente Disposición para la publicación en el Boletín Oficial, en virtud de lo establecido en la Resolución ex-S.C. Nº 198/84.

5º — Comuníquese, Publíquese y Archívese. — Arq. HORACIO HECTOR FEROS, A/C DEL DEPARTAMENTO METROLOGIA LEGAL DIRECCION NACIONAL DE LEALTAD COMERCIAL.

e. 10/3 Nº 42.717 v. 10/3/89

SECRETARIA DE AGRICULTURA, GANADERIA Y PESCA

Resolución Nº 76

Bs. As., 28/2/89.

VISTO el expediente Nº 014-AG-1989 en el que el MERCADO NACIONAL DE HACIENDA solicita la actualización de los aranceles que percibe en concepto de retribución de los servicios a su cargo, y

CONSIDERANDO:

Que los valores actuales resultan insuficientes para solventar los gastos originados en la prestación de los servicios que obligatoriamente brinda a sus usuarios dicho Organismo, que financia su presupuesto con recursos propios sin incidencia en el Tesoro Nacional.

Que resulta procedente, en consecuencia, establecer tarifas acordes con las erogaciones producidas por tales obligaciones y que hacen al funcionamiento del citado Mercado, actualizando su Régimen Arancelario aprobado por Resolución nº 860 de fecha 16 de setiembre de 1988.

Que para dicha actualización se ha tomado como base de cálculo la variación registrada por el valor promedio del animal vacuno en el período 24 de DICIEMBRE de 1987 - 4 de JULIO de 1988, el cual se incrementó en un 150,27 %, porcentaje que se aplicará en todos los ítems fijos.

Que el Decreto Nº 3324 del 12 de noviembre de 1975 y la Resolución Nº 485 del 12 de diciembre de 1975, facultan a esta Secretaría para modificar tales aranceles.

Por ello,

EL SECRETARIO
DE AGRICULTURA, GANADERIA Y PESCA
RESUELVE:

Artículo 1º — Aprobar el reajuste de tarifas que serán de aplicación en el MERCADO NACIONAL DE HACIENDA, en concepto de retribución de los servicios a su cargo, conforme al

detalle obrante en planillas anexas, con excepción del Item 1º, que se mantendrá en su porcentaje actual.

Art. 2º — Lo dispuesto en la presente Resolución tendrá vigencia a partir de los DOS (2) días de su publicación en el Boletín Oficial.

Art. 3º — Comuníquese, publíquese, dése a la Dirección Nacional del Registro Oficial y archívese. — Dr. ERNESTO J. FIGUERAS, SECRETARIO DE AGRICULTURA GANADERIA Y PESCA.

PLANILLA ANEXA AL ARTICULO 1º

ITEM 1º — DERECHO DE INGRESO DE HACIENDA: Comprende el derecho ingreso de hacienda para la venta, uso de corrales y bretes, luz en muelles y corrales de los atracaderos, mangas y calles adyacentes, pesaje, abrevamiento, aislamiento de animales enfermos, carga, transporte y descarga de caídos, como también todo lo relacionado con los servicios administrativos a cargo del Establecimiento (copias certificaciones y/o documentos de propiedad y otros), excepto visación de fianzas.

Se cobrará el CERO CUARENTA POR CIENTO (0,40 %) sobre el precio de venta de cada animal vacuno, porcino, ovino o equino.

ITEM 2º — DERECHO A CARGO DE CONSIGNATARIOS: En concepto de derecho de inscripción y retribución de servicios comprendiendo el uso y ocupación de casilla-escritorio, corrales, limpieza y desinfección de estos últimos, servicio de recolección de animales muertos y uso de playa de estacionamiento, los consignatarios abonarán la suma de AUSTRALES TRECE MIL CUATROCIENTOS CUARENTA (A 13.440,00) anuales y además AUSTRALES CUARENTA CENTAVOS (A 0,40) por cada animal recibido, importe que se liquidará mensualmente.

ITEM 3º — DERECHO A CARGO DE COMPRADORES: Los frigoríficos, cooperativas, carnicerías integradas, exportadores, etc., si optaran por la ocupación de casilla escritorio, pagarán la suma de AUSTRALES DOS MIL DOSCIENTOS CUARENTA (A 2.240,00) y si la misma es compartida AUSTRALES UN MIL CIENTO VEINTE (A 1.120,00) en ambos casos mensuales.

ITEM 4º — DERECHO A CARGO DE EMPRESAS TRANSPORTADORAS DE HACIENDA EN PIE: Abonarán:

a) por su inscripción la suma de AUSTRALES UN MIL TRESCIENTOS CUARENTA Y CUATRO (A 1.344,00), también anuales.

b) Por cada camión inscripto la suma de AUSTRALES DOSCIENTOS VEINTICUATRO (A 224,00).

c) Por uso de oficinas, muelles y playa de maniobras para la carga de hacienda vacuna, porcina y ovina, se cobrará por la carga de cada camión local la suma de AUSTRALES OCHO (A 8,00).

ITEM 5º — OCUPACION PRECARIA Y SERVICIOS COMPLEMENTARIOS: Comprende el uso y ocupación de locales y playa de estacionamiento: Se cobrará los siguientes importes mensuales:

Locales para funcionamiento de agencias bancarias:

Hasta 100 mts.² de superficie: AUSTRALES DOS MIL (A 2.000,00).

Más de 100 mts.² de superficie: AUSTRALES DOS MIL CUATROCIENTOS (A 2.400,00).

Locales para funcionamiento de explotaciones comerciales y otros usos:

Hasta 20 mts.² de superficie: AUSTRALES CUATROCIENTOS(A 400,00).

Hasta 50 mts.² de superficie: AUSTRALES OCHOCIENTOS (A 800,00)

Más de 50 mts.² de superficie: AUSTRALES UN MIL (A 1.000,00).

ITEM 6º — FIANZAS: Serán extendidas por el Mercado Nacional de Hacienda cuando del control de las guías o documentación de propiedad respectiva surjan diferencias en más en el número de cabezas, enmiendas, raspadura, faltas de marcas o señales y otros vicios de forma que a criterio de las autoridades del Mercado obliguen a la presentación de la fianza. Se cobrará por cada una la suma de AUSTRALES CUATROCIENTOS (A 400,00) reembolsable en su totalidad si dentro de los TREINTA (30) días de acordada la visación se presenta la documentación o nueva guía que salve el o los errores observados.

En caso de que las irregularidades de la documentación hagan presumir la existencia de posibles hechos dolosos, también a exclusivo criterio de las autoridades del Mercado, se exigirá además de la fianza real fijada para el presupuesto anterior, otra de carácter juratoria suscripta por la firma, que cubra el valor total que resulte de la venta de la hacienda amparada por la guía observada, debiendo darse cuenta a la autoridad que expidió la misma. El monto de esta fianza será fijado por las autoridades del Mercado, conforme a las normas indicadas, sin perjuicio de ser ampliada en casos de que el resultado de la venta fuese superior al de la fianza. Cuando las diferencias se relacionen con el destino, nombre del consignatario o circunstancias similares, sin existencias de raspaduras, enmiendas o adulteraciones, el otorgamiento queda comprendido en los servicios administrativos que se mencionan en el Item 1º sin cargo adicional.

ITEM 7º — DERECHO DE EXTRACCION DE HACIENDA: En concepto de inscripción y retribución de servicios que comprenden: agua, uso de corrales de depósito, muelles de carga, luz en los mismos, mangas y calles adyacentes, abrevamiento, pesaje, arenado de calles, limpieza y desinfección de instalaciones, reparación de éstas; transporte y carga de animales caídos, uso de playa de estacionamiento y también todo lo relacionado con los servicios administrativos (expedición de guías de propiedad, archivo de documentación, certificados y contralor), para los animales vacunos, porcinos y ovinos comercializados en el Mercado y equinos negociados fuera de él y dentro de la Capital Federal, se cobrarán los siguientes importes:

A) Por animal vacuno: AUSTRALES DIEZ (A 10,00)
B) Por animal equino: AUSTRALES VEINTE (A 20,00)
C) Por animal porcino: AUSTRALES CINCO (A 5,00)
D) Por animal ovino: AUSTRALES CINCUENTA CENTAVOS (A 0,50)

ITEM 8º — VENDEDORES AMBULANTES: Los vendedores ambulantes autorizados a operar en el Mercado abonarán un importe fijo de AUSTRALES CIEN (A 100,00).

ITEM 9º — HACIENDA RETIRADA DE LA VENTA: Se cobrarán por cada animal retirado por el remitente los siguientes importes:

A) Por animal vacuno: AUSTRALES VEINTIDOS CON CUARENTA CENTAVOS (A 22,40).

B) Por animal porcino: AUSTRALES DIECISIETE CON NOVENTA CENTAVOS (A 17,90).

C) Por animal ovino: AUSTRALES DOS CON SETENTA CENTAVOS (A 2,70).

D) Por confección de cada guía y demás trámites administrativos se cobrará:

1) Por cada guía de extracción vacuno: AUSTRALES CUATROCIENTOS CUARENTA Y OCHO (A 448,00).

2) Por cada guía de extracción porcino: AUSTRALES TRESCIENTOS CINCUENTA Y OCHO CON CUARENTA CENTAVOS (A 358,40).

3) Por cada guía de extracción ovino: AUSTRALES CUARENTA Y CUATRO CON OCHENTA CENTAVOS (A 44,80):

ITEM 10. — MORA EN EL RETIRO DE LA HACIENDA VENDIDA: Todo animal que no fuera retirado por las Empresas Frigoríficas, Materiales Abastecedores, etc., antes de las VEINTE (20) horas de las instalaciones del Mercado Nacional de Hacienda salvo razones de fuerza justificadas, se cobrará los siguientes importes:

a) Por animal vacuno: AUSTRALES VEINTIDOS CON CUARENTA CENTAVOS (A 22,40).

b) Por animal porcino: AUSTRALES DIECISIETE CON NOVENTA CENTAVOS (A 17,90).

c) Por animal ovino: AUSTRALES DOS CON VEINTE CENTAVOS (A 2,20).

ITEM 11. — MULTAS Y PENALIDADES: El usuario que incurriera en mora en el pago de las tasas y tarifas detalladas precedentemente, se hará pasible de una multa del TRECE POR CIENTO (13 %) de lo abonado fuera de término por cada CINCO (5) días o fracción mayor de DOS (2) días de atraso.

Por cada cabeza de hacienda, no retirada de los atracaderos de camiones dentro de los DOS (2) horas de registrado su arribo, se cobrará a los respectivos consignatarios la suma de AUSTRALES CUARENTA CENTAVOS (A 0,40). — RICARDO IWACH, A/C. DPTO. ADMINISTRACION.

e. 10/3 Nº 473 v. 10/3/89

MINISTERIO DE OBRAS Y SERVICIOS PUBLICOS

SUBSECRETARIA DE TRANSPORTE

DIRECCION NACIONAL DE TRANSPORTE INTERURBANO

EDICTO

En cumplimiento de lo dispuesto en el art. 19 del Reglamento General de la Ley Nº 12.346, se hace saber a los interesados que pueden presentar a esta Dirección Nacional hasta QUINCE (15) días después de esta publicación, en un escrito original, con tres copias del mismo, las observaciones que estimen pertinentes con respecto a la siguiente solicitud hecha de conformidad con las prescripciones de los artículos Nº 2 de la Ley referida y Nº 17 de su reglamento.

EXPEDIENTE Nº: 3042/87 y 3154/87

EMPRESA: CIUDAD DE PARANA S.R.L. y EL SERRANO S.R.L.

DOMICILIO: Villaguay 1025 - PARANA y San Martín 2148 - SANTA FE, respectivamente

CLASE DE SERVICIO: PASAJEROS

ITINERARIO: Establecimiento de servicios entre MONTE CASEROS (Provincia de CORRIENTES y VILLA CARLOS PAZ (Provincia de CORDOBA), utilizando rutas nacionales Nos. 14, 18, 168 y 20, pasando por CHAJARI, CONCORDIA, VILLAGUAY, PARANA, SANTA FE, SAN FRANCISCO y CORDOBA.

FRECUENCIA: UN (1) servicio diario de ida y vuelta en forma coordinada y alternada entre ambas empresas.

MODALIDAD DE TRAFICO: De localidades de la Provincia de CORRIENTES a las ubicadas en las Provincias de ENTRE RIOS, SANTA FE y CORDOBA y viceversa.

De localidades comprendidas en el tramo CHAJARI-VILLA CLARA a las ubicadas en las Provincias de SANTA FE y CORDOBA y viceversa.

PARQUE MOVIL: Cada prestataria incorporará DOS (2) vehículos a su respectivo parque. — Dr. CARLOS ALBERTO BERU, DIRECTOR NACIONAL DE TRANSPORTE INTERURBANO, SUBSECRETARIA DE TRANSPORTE.

e. 10/3 Nº 42.710 v. 10/3/89

MINISTERIO DE TRABAJO Y SEGURIDAD SOCIAL

SECRETARIA DE SEGURIDAD SOCIAL

DIRECCION ACCIDENTES DE TRABAJO

DIRECCION DE ACCIDENTES DE TRABAJO CITA POR EL TERMINO DE DIEZ (10) a LAS PERSONAS QUE TENGAN DERECHO A PERCIBIR INDEMNIZACION POR LA LEY 9688 DE ACUERDO A LA NOMINA QUE SE DETALLA- CONCURRIR A HIPOLITO YRIGOYEN 1447 - piso 4º - CAPITAL FEDERAL.

ALMIRON CARLOS ALBERTO
CACCIATORI FELISA ROSALIA
CAZEAUX JORGE LUIS
CORTES JUAN CARLOS
DECIMA ALBERTO
DIEZ JULIO CESAR
HAIDAR JUAN
HERRERA OMAR ALFREDO
MAIDANA CRISANTO ANTONIO
PRADO IBACACHE MARIO GERARDO
ROBLES FRANCISCO RAMON
SOTO ISMAEL RICARDO
SUELDO JULIO CESAR
ZMUDZINSKI NIKODEN

e. 10/3 Nº 474 v. 27/3/89

AVISOS OFICIALES
ANTERIORES

MINISTERIO DE ECONOMIA

BANCO CENTRAL DE LA REPUBLICA ARGENTINA

Bs. As., 29/11/88

Ha dejado de tener efectos legales de títulos de BONOS EXTERNOS 1982 de u$s. 750 Nº 1.114.963 con cupón Nº 9 y siguientes adheridos. Esc. J. E. Martínez Santana. Bs. As. 15.7.86.

Se extiende nuevamente a pedido del interesado por haber sido publicado erróneamente en las ediciones del 25.7 al 2.9.86 del Boletín Oficial.

NOTA: Se publica nuevamente en razón de haberse omitido en las ediciones del 20/2 al 22/2/89.

e. 23/2 Nº 39.963 v. 28/3/89

BANCO CENTRAL DE LA REPUBLICA ARGENTINA

Bs. As., 10/2/89

Han dejado de tener provisoriamente efectos legales los cupones Nº 14 de u$s. 14,64 Nos. 2.154.918/920 y de u$s. 146,40 Nos. 1.035.778, 2.795.120 y 2.795.745, de Bonos Externos 1982. Esc. Carlos A. Vignoli Bs. As., 3.2.89.

e. 23/2 Nº 41.560 v. 27/3/89

BANCO CENTRAL DE LA REPUBLICA ARGENTINA

Bs. As., 9/2/89.

Han dejado de tener provisoriamente efectos legales los títulos del empréstito Bonos Externos 1982 de u$s. 37,50 Nos. 1.785.428, 1.814.459, 1.814.460, 1.864.503/504, de u$s. 375 Nos. 1.023.824, 1.120.438 y 2.624.796, con cupón Nº 15 y siguientes adheridos Esc. Dora B. de Piatigorski, Bs. As., 3.2.89.

e. 28/2 Nº 41.845 v. 29/3/89

BANCO CENTRAL DE LA REPUBLICA ARGENTINA

Ha dejado de tener efectos legales el título de Bonos Externos 1982 de u$s. 1.875 Nº 4.732.235. con cupón Nº 15 y siguientes adheridos. Esc. Olivera, Bs. As. 24.2.89.

e. 9/3 Nº 42.598 v. 7/4/89

BANCO CENTRAL DE LA REPUBLICA ARGENTINA

Bs. As., 15/2/89.

Han dejado de tener provisoriamente efectos legales los cupones Nº 14 de u$s 14,64 Nos. 1.752.821, 1.776.738, 1.817.086, 1.885.651, 1.887.151, 1.941.262/264, 2.060.636, 2.075.737, 2.138.334, 2.172.677/678, 2.173.643, 3.515.084, 3.535.247, 3.543.128, 3.558.085/089, de u$s 73,20 Nos. 2.350.885, 3.807.114, 3.824.908, de u$s 146,40 Nos. 1.098.142/143, 1.144.387/388, 2.600.711, 2.620.065/066, 2.622.374, 2.626.873, 2.636.827/828, 2.669.373, 2.756.304, 2.761.285, 2.792.040 y de u$s 732 Nos. 3.059.820, 3.097.708, 4.790.742 y 4.794.630, de Bonos Externos 1982 y el cupón Nº 8 de u$s 159,60 Nº 12.075.068, de Bonos Externos 1984. Esc. Carlos A. Garicoche. Bs. As. 13.2.89.

e. 3/3 Nº 42.105 v. 6/4/89

BANCO CENTRAL DE LA REPUBLICA ARGENTINA

Bs. As., 23/2/89.

Han dejado de tener efectos legales los títulos de Bonos Externos 1984 de u$s 750 Nº 12.212.673; y de u$s 7.500 Nos. 14.011.600 y 14.013.591, con cupón Nº 9 y siguientes adheridos. Esc. Susana Grisi, Bs. As., 21.02.89.

e. 3/3 Nº 42.120 v. 3/4/89

BANCO CENTRAL DE LA REPUBLICA ARGENTINA

Bs. As., 28/2/89

Han dejado de tener efectos legales los cupones Nº 8 de u$s. 159,60 Nos. 12.034.611, 12.086.131. 12.122.511 y 12.155.533 y de u$s. 798 Nos. 13.005.488, 13.031.668/670, 13.042.676 y 13.066.091/092 y los títulos de u$s. 437,50 Nos. 11.021.366/371 y de u$s. 875 Nº 12.053.149, con cupón Nº 8 y siguientes adheridos, todos pertenecientes a Bonos Externos 1984. Esc. J. Violeta Uboldi, Bs. As., 23.2.89. — MARIA DEL C. SANTERVAS, JEFE DE LA DIVISION CONTROL DE PAGOS DE LA DEUDA PUBLICA. — ANA FLORES, 2º JEFE DE DIVISION.

e. 6/3 Nº 42.381 v. 4/4/89

JUNTA NACIONAL DE GRANOS

Buenos Aires, 16 de febrero de 1989.

La Junta Nacional de Granos notifica a la firma "COOPERATIVA AGRICOLA GANADERA DE NUEVE DE JULIO LTDA." que en el Expte. Nº 933/87, se ha dictado la resolución "JNG" Nº 32.689 de fecha 18 de enero de 1989 que dispone lo siguiente:

Artículo 1º — Imponer a la Cooperativa Agrícola Ganadera de Nueve de Julio Ltda., inscripción Nº 2709 con domicilio en la Localidad de Nueve de Julio Pcia. de Bs. As., una multa equivalente al valor de UNA (1) tonelada de trigo pan a la cotización de la Cámara Arbitral de la Bolsa de Cereales de Bs. As al día anterior a la fecha de la presente, cuyo importe que deberá hacerse efectivo en el domicilio de la Junta Nacional de Granos, sito en Avda. Paseo Colón 367 de la Capital Federal, asciende a AUSTRALES MIL SETECIENTOS CINCUENTA (A 1.750.-).

Art. 2º — Se establece en cuanto a la multa fijada en el artículo precedente, que la misma deberá hacerse efectiva en el término de VEINTE (20) días hábiles administrativos de notificada la presente.

Art. 3º — En caso de que la infractora no abonará la multa aplicada en el artículo primero, autorízase a la Gerencia Jurídica a iniciar y substanciar las acciones extrajudiciales o judiciales que correspondan.

Fdo. Dr. Alfonso Rojas. Subgerente Gerencia Jurídica.

e. 8/3 Nº 442 v. 10/3/89

JUNTA NACIONAL DE GRANOS

Buenos Aires, 16 de febrero de 1989.

La Junta Nacional de Granos notifica a la firma "HUINCER S. A." que en el Expte. Nº 784/87, se ha dictado la resolución "JNG" Nº 32.507 de fecha 30 de noviembre de 1988 que dispone lo siguiente:

Artículo 1º — Imponer a la firma Huincer S. A., inscripción Nº 114.690 con domicilio en la Localidad de Huinca Renancó Pcia de Córdoba, una multa equivalente al valor de CINCO (5) toneladas de trigo pan a la cotización de la Cámara Arbitral de la Bolsa de Cereales de Bs. As. al día anterior a la fecha de la presente cuyo importe, que deberá hacerse efectivo en el domicilio de la Junta Nacional de Granos sito en Avda. Paseo Colón 367 de la Capital Federal, asciende a AUSTRALES NUEVE MIL TRESCIENTOS CINCUENTA (A 9.350.-).

Art. 2º — Se establece en cuanto a la multa fijada en el artículo precedente, que la misma deberá hacerse efectiva en el término de VEINTE (20) días hábiles administrativos de notificada la presente.

Art. 3º — En caso de que la infractora no abonará la multa aplicada en el artículo primero, autorízase a la Gerencia Jurídica a iniciar y substanciar las acciones extrajudiciales y/o judiciales que correspondan.

Fdo. Dr Alfonso Rojas. Subgerente Gerencia Jurídica.

e. 8/3 Nº 443 v. 10/3/89

MINISTERIO DE TRABAJO Y SEGURIDAD SOCIAL

SECRETARIA DE SEGURIDAD SOCIAL DIRECCION DE ACCIDENTES DE TRABAJO

Bs. As., 22/2/89.

Dirección de Accidentes de Trabajo cita por el término de diez (10) días a las personas que tengan derecho a percibir indemnización por la ley 9688 de acuerdo a la nómina que se detalla: concurrir a Hipólito Yrigoyen 1447 - piso 4º - Capital Federal.

ARREDONDO RICARDO PASCUAL
ANDRADE JULIAN ALFREDO
AROCA JEUS RAMON
ATENCIO JUAN RODOLFO
ARCE DIONISIO
BRAVO JUAN ANGEL
INSUA LOPEZ EDUARDO
PEREZ ALCIDES AURELIO
RODRIGUEZ IGNACIO NEMESIO
ZARLENGA GUILLERMO ENRIQUE

e. 27/2 Nº 362 v. 10/3/89

MINISTERIO DE SALUD Y ACCION SOCIAL

SECRETARIA DE SALUD

HOSPITAL NACIONAL PROFESOR ALEJANDRO POSADAS

"La Dirección del Hospital Nacional Profesor Alejandro Posadas, cita y emplaza al exagente Antonio Angel LORENZO a notificarse de la Resolución nº: 16/88, que dice: Declárase cesante por los fundamentos anteriormente expuestos, al agente, LORENZO, Antonio Angel (Legajo nº: 68.727; L. E. nº: 4.443.281), Agrupamiento Técnico, Tramo: Técnico, Función: Auxiliar Técnico de Laboratorio, Categoría 10, a partir del 30-6-88. Firmado el Director Interino. Dr. Miguel Salomón FEDMAN, Villa Sarmiento.

e. 8/3 Nº 466 v. 10/3/89